

Universidade Federal de Santa Catarina  
Programa de Pós-Graduação em  
Ciência e Engenharia de Materiais

Lucas Freitas Berti

CARACTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS POROSAS PARA APLICAÇÃO EM  
SISTEMAS DE BOMBEAMENTO CAPILAR

Florianópolis, Abril de 2008.

Lucas Freitas Berti

CARACTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS POROSAS PARA APLICAÇÃO EM  
SISTEMAS DE BOMBEAMENTO CAPILAR

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em  
Ciência e Engenharia de Materiais da  
Universidade Federal de Santa Catarina  
como requisito parcial para obtenção  
do grau de Mestre em  
Ciência e Engenharia de Materiais

Florianópolis, Abril de 2008.

## Ficha Catalográfica

BERTI, Lucas Freitas

CARACTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS POROSAS PARA  
APLICAÇÃO EM SISTEMAS DE BOMBEAMENTO CAPILAR / Lucas  
Freitas Berti. – Florianópolis, UFSC, Programa de Pós-graduação em  
Engenharia de Materiais, 2008

108 f. : il.; 29cm

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa  
Catarina, 2008

Orientadores: Carlos Renato Rambo, Dachamir Hotza.

1. Biomodelagem 2. Colagem por barbotina 3. Meios porosos  
cerâmicos 4. Caracterização 5. Sistema de bombeamento capilar I.  
Título II. Universidade Federal de Santa Catarina

Lucas Freitas Berti

**CARACTERIZAÇÃO DE CERÂMICA POROSA PARA APLICAÇÃO EM SISTEMAS  
DE BOMBEAMENTO CAPILAR**

Esta dissertação foi julgada e aprovada para a obtenção de grau de Mestre em  
Ciência e Engenharia de Materiais no Programa de Pós-Graduação em Ciência e  
Engenharia de Materiais de Universidade Federal de Santa Catarina

Florianópolis, Abril de 2008.

Ana Maria Maliska Dr. Eng.  
Coordenadora do Programa

Carlos Renato Rambo, Dr. Sci.  
Orientador

Dachamir Hotza  
Co-orientador, Dr. Ing.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Marcio Celso Fredel, Dr - Ing.  
Universidade Federal de Santa Catarina

---

Eduardo Gonçalves Reimbrecht, Dr. Eng.  
Universidade do Vale do Itajaí

---

Amir Antônio Martins de Oliveira Júnior, Ph.D.  
Universidade Federal de Santa Catarina

A Deus

A meu pai Carlo Roberto Berti

A minha mãe Sonia Maria Freitas Berti

A meu irmão Mateus Freitas Berti

A minha namorada Fernanda Costa Brandão

## Agradecimentos

Ao CNPq, pelo apoio financeiro;

Ao Rambo que em todos os momentos da minha dissertação me apoiou,  
sendo sempre aberto para discussões e com prontidão para ensinar;

Ao Professor Dachamir Hotza pela co-orientação nesta dissertação;

Ao LabCET, na pessoa do professor Prof. Edson Bazzo, que também esteve disponível para  
conversas necessárias para a realização deste trabalho;

Ao companheiro de grupo de trabalho Eduardo Reimbrecht, que como grande amigo e conselheiro,  
sempre esteve disposto a parar seus afazeres para escutar minhas idéias e me ajudar na  
organização dos meus pensamentos;

Ao Engenheiro Edevaldo Reinaldo, que se disponibilizou com extrema destreza e agilidade para  
confeccionar os sistemas de bombeamento capilar;

Ao aluno de doutorado Paulo Santos que sempre esteve disponível para conversas sobre  
transferência de calor e perda de carga no elemento poroso em funcionamento;

Aos alunos de iniciação científica Rafael Branco, Rodolpho Merlo e Antônio Schultz, que auxiliaram  
na execução de testes de comportamentos térmicos e caracterização dos elementos porosos;

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desta pesquisa.

Atingir um objetivo que você não tem  
é tão difícil quanto voltar de um lugar para onde você nunca foi.

Zig Ziglar

## Resumo

Berti, Lucas Freitas. **Desenvolvimento de cerâmica porosa para aplicação em sistemas de bombeamento capilar** 2008. 124f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, UFSC, Florianópolis.

Sistemas de bombeamento capilar (*Capillary Pumped Loops* ou CPL's) são dispositivos projetados para aplicações em refrigeração em ambientes de microgravidade. Esses tipos de sistemas utilizam um fluido em confinamento para a transferência de calor. As finalidades deste trabalho são a fabricação e a caracterização de estruturas porosas cerâmicas para aplicação em sistemas de bombeamento capilar. Para tal, foram propostas duas rotas de fabricação de meios porosos, uma a partir da técnica de conformação de colagem por barbotina e outra pela técnica de biomodelagem, utilizando apuí e ratam como bioestruturas de partida. Alumina biomórfica foi obtida pela infiltração de vapor de Al em preformados pirolisados de ratam e apuí e subsequente oxidação. Durante infiltração em vácuo a 1600°C, carbono e vapor de Al reagiram, formando  $\text{Al}_4\text{C}_3$ . Após processo de oxidação/sinterização a 1600°C durante 3 horas, os preformados de  $\text{Al}_4\text{C}_3$  converteram-se em  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . A caracterização destes elementos porosos foi realizada visando à obtenção de parâmetros de interesse para uso em sistemas de bombeamento capilar. Porosidade, distribuição de tamanho de poros, constantes de permeabilidade, diâmetro crítico, pressão capilar, módulo de ruptura e fases cristalográficas presentes foram determinadas através de diversas técnicas de caracterização: porosimetria por intrusão de mercúrio, método de Arquimedes, permeametria gasosa, análise de imagem através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e software de análise de imagem (IMAGO®), ensaio mecânico de compressão e difratometria de raios-x. Uma simulação da permeabilidade utilizando modelos encontrados na literatura foi realizada. A reconstrução tridimensional (3D) foi realizada através do software IMAGO® para simulação de propriedades físicas, como a permeabilidade e tamanho de poros. Dois sistemas de bombas capilares foram construídos com as estruturas cerâmicas fabricadas pelas duas técnicas, para a avaliação do comportamento térmico desses sistemas. A porosidade média obtida através da técnica de colagem por barbotina foi de 54%, com diâmetro de poros no intervalo de 0,5  $\mu\text{m}$  a 2,5  $\mu\text{m}$  e pressão capilar entre 80 kPa e 22 kPa. A constante de permeabilidade darciana ( $k_1$ ) média foi de  $1,5 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$ . As amostras apresentaram módulo de ruptura médio de 9 MPa. A biomodelagem mostrou-se eficaz como método de síntese de cerâmicas biomórficas. A análise microestrutural através de MEV revelou que as aluminas biomórficas obtidas mantiveram as características morfológicas das plantas originais (estrutura anatômica hierárquica) ao nível micrométrico, com os canais de condução de fluido intactos. As propriedades obtidas das cerâmicas biomórficas foram: 76% de porosidade média, diâmetro de poros no intervalo de 33  $\mu\text{m}$  a 194  $\mu\text{m}$ , pressão capilar entre 480 e 3000 Pa e constante de permeabilidade darciana ( $k_1$ ) de  $1,5 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$ . Os CPL's montados com as estruturas cerâmicas produzidas neste trabalho apresentaram bom comportamento térmico para aplicação em sistemas de refrigeração aeroespacial.

Palavras-chave: Biomodelagem. Colagem por barbotina. Meios porosos cerâmicos. Caracterização. Sistema de bombeamento capilar



## Abstract

Berti, Lucas Freitas. **Characterization of ceramic wick structures for capillary pumping application** 2008. 124 p. Dissertation (Master Science in Materials Science and Engineering) – Graduate Program in Materials Science and Engineering, UFSC, Florianópolis.

Capillary Pumped Loops are devices designed for microgravity cooling applications. These devices utilize a confined fluid for heat transfer. The proposals of this dissertation are the manufacturing and characterization of a ceramic wick structure for capillary pumping application. In this way, two ceramic wick structure manufacturing routes were suggested: slip casting and biotemplating, where apuí and rattan were used as biotemplates. Biomorphic alumina was obtained through the Al vapor infiltration on the carbonized biotemplate and subsequent oxidation. During the infiltration at 1600°C in vacuum, the carbon and Al reacts resulting in  $\text{Al}_4\text{C}_3$ . After the oxidation/sinterization processes at 1600°C during 3 hour, the biotemplates of  $\text{Al}_4\text{C}_3$  are totally converted in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . The characterization of these ceramic wick structures aims to determining parameters for the capillary pumping application. Porosity, pore size distribution, permeability constants, critical diameter, capillary pressure, ultimate strength and present phases were determined by several characterization techniques: mercury intrusion porosimetry, Archimedes' principle, gaseous permeametry, image analysis by scanning electronic microscopy (SEM) and image analysis software (IMAGO<sup>®</sup>), compression test and x-ray diffractometry. A procedure of permeability simulation was carried out with the mathematical models found on literature. A three-dimensional reconstruction was carried out using the software IMAGO<sup>®</sup> for simulating of physical properties, such as permeability and pore size. For the thermal behavior evaluation two CPL's were assembled with the ceramic wick structure obtained from the two manufacturing techniques proposed. The mean porosity achieved after slip casting was 54%, with a pore size ranging from 0.5  $\mu\text{m}$  to 2.5  $\mu\text{m}$  providing capillary pressure ranging from 80 kPa to 22 kPa. The average darcyan permeability constant ( $k_1$ ) was  $1.5 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$ . The samples presented an ultimate tensile strength of 9 MPa. The biotemplating showed to be an efficient method for synthesis of biomorphic wick structures. The microstructural characterization by SEM showed that the biomorphic structure of the alumina samples resembled the morphological characteristics of the vegetal (hierarchical anatomic structure) at micrometric levels, whereas the conduction vases remained intact. The properties achieved on biomorphic wick structures were: 76% of mean porosity, with a pore size ranging from 33 to 194  $\mu\text{m}$  providing capillary pressure ranging from 480 to 3000 Pa. The darcyan permeability constant ( $k_1$ ) was  $1.5 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$ . The CPL's assembled with the ceramic wick structures manufactured on this work achieved an adequate thermal behavior for aerospace cooling system application.

Key words: Biotemplating. Slip Casting. Ceramic wick structure. Characterization. Capillary Pumping Systems.

## Lista de figuras

Figura 1 – linha cronológica de alguns desenvolvimento, testes e aplicações de CPL e LHP [Wrenn, 2004].	1
Figura 2 – Esquema de funcionamento de um tubo de calor.	5
Figura 3 – Esquema de funcionamento de um LHP.	6
Figura 4 – Esquema de funcionamento de um CPL.	7
Figura 5 – Fluxograma do processo de colagem por barbotina.	10
Figura 6 – Corte transversal e longitudinal do preformado de carbono (a); do preformado de $Al_4C_3$ (b); da cerâmica biomórfica de $Al_2O_3$ (c). [Rambo et al.,2005].	16
Figura 7 – Aparato para processo de infiltração gasosa.	31
Figura 8 – Esquema do processo de biomodelagem.	31
Figura 9 – Técnicas e propriedades determinadas neste trabalho.	32
Figura 10 – Aparato utilizado no ensaio de extrusão capilar.	35
Figura 11 – Porta-amostra e parte inferior do aparato para determinação de permeabilidade.	37
Figura 12 – Aparato experimental montado para determinação de permeabilidade.	37
Figura 13 – Esquema do posicionamento de termopares para CPL com estrutura capilar obtida a partir da colagem por barbotina.	43
Figura 14 – Esquema do posicionamento de termopares para CPL com estrutura capilar obtida a partir da biomodelagem.	44
Figura 15 – Espectros de raios-x das amostras dos grupos de moagem 6/3 e 48/24.	46
Figura 16 – Micrografia de fratura de acordo com cada grupo de moagem.	47
Figura 17 – Intrusão de mercúrio.	50
Figura 18 – Perda de carga em função da velocidade do fluido por grupo de moagem.	52

Figura 19 – Constante de permeabilidade darciana $k_1$ em função da porosidade média apresentada pelo grupo de moagem (informação ao lado de cada ponto contendo o $d_c$ e o grupo de moagem). ....	53
Figura 20 – Modelo de permeabilidade darciana de Ergun.....	54
Figura 21 – Constante de Kozeny ( $k_k$ ) em função de $k_1$ (informação ao lado de cada ponto contendo o grupo de moagem). ....	55
Figura 22 – Constante de permeabilidade não-darciana $k_2$ em função da porosidade média apresentada pelo grupo de moagem.....	56
Figura 23 – Modelo de permeabilidade não-darciana de Ergun.....	57
Figura 24 – Variação do $Re_i$ com a potência para diferentes tamanhos de poros. ...	58
Figura 25 – Perda de carga do elemento poroso em função da potência aplicada no CPL (acetona). ....	59
Figura 26 – Microestrutura das amostras de cada grupo de moagem com aumento de 400x (esquerda – micrografia obtida por MEV; direita – micrografia com binarização invertida). ....	62
Figura 27 – Comparação entre técnicas de determinação de porosidade. ....	64
Figura 28 – Imagem com baixo alcance de autocorrelação (a) imagem com alto alcance de autocorrelação (b). ....	65
Figura 29 – Função de autocorrelação dos grupos de moagem. ....	66
Figura 30 – distribuição de poros dos diferentes grupos de moagem.....	67
Figura 31 – Distribuição de poros acumulada dos grupos de moagem.....	68
Figura 32 – Reconstrução 3-D da amostra do grupo de moagem 6/3.....	69
Figura 33 – Reconstrução 3-D das amostras dos grupos de moagem 24/12, 32/16 e 48/24. ....	71
Figura 34 – Permeabilidade por análise de imagem. ....	72
Figura 35 – Modelo de Ergun de permeabilidade com os resultados de análise de imagem.....	73
Figura 36 – Curva tensão x deformação para diferentes grupos de moagem.....	74

Figura 37 – Módulo de ruptura das amostras em função da fração de poros. ....	75
Figura 38 – Modelo de átomos com empacotamento conhecido como hexagonal compacto. (imagem cortesia do the Whipple Museum – código Wh.3297).....	76
Figura 39 – Estrutura microscópica do apuí em corte transversal.....	77
Figura 40 – Estrutura microscópica do apuí em corte longitudinal. ....	78
Figura 41 – Vasos de condução de fluido formados por paredes porosas.....	80
Figura 42 – Estrutura microscópica do ratam jovem com corte transversal. ....	81
Figura 43 – Estrutura macroscópica do ratam jovem em corte longitudinal. ....	82
Figura 44 – Estrutura microscópica do ratam com corte transversal.....	83
Figura 45 – Estrutura microscópica do ratam com maior amplitude em corte transversal.....	83
Figura 46 – Estrutura microscópica do ratam em corte longitudinal.....	84
Figura 47 – Perda de carga em função da velocidade do fluido para os três tipos de preformado.....	86
Figura 48 – Constante de permeabilidade darciana $k_1$ em função diâmetro crítico de cada vegetal (informação ao lado de cada ponto contendo a porosidade e o tipo de vegetal do qual a estrutura foi originada). ....	87
Figura 49 – Modelagem da permeabilidade darciana de acordo com Ergun para os meios porosos obtidos por biomodelagem. ....	88
Figura 50 – Constante de Kozeny ( $k_k$ ) em função de $k_1$ (informação ao lado de cada ponto contendo o tipo de vegetal do qual a estrutura foi originada). ....	89
Figura 51 – Constante de permeabilidade não-darciana, $k_2$ , para os meios porosos obtidos por biomodelagem, em função do diâmetro crítico de poros. ....	90
Figura 52 – Modelagem da permeabilidade não-darciana de acordo com Ergun. ....	90
Figura 53 – Variação do $Re_i$ com a potência para diferentes tamanhos de poros. ...	91
Figura 54 – Perda de carga do elemento poroso em função da potência aplicada no CPL. ....	92

Figura 55 – Microestruturas da cerâmica biomórfica de apuí em corte transversal (a) imagem binarizada (b).....	94
Figura 56 – Microestruturas da cerâmica biomórfica de ratam jovem em corte transversal (a) imagem binarizada (b).....	95
Figura 57 – Microestruturas da cerâmica biomórfica de ratam em corte transversal (a) imagem binarizada (b). ....	96
Figura 58 – Distribuição de tamanho de poros do apuí (a), ratam jovem (b) e ratam (c). ....	97
Figura 59 – Comportamento térmico CPL com meio poroso de colagem por barbotina. ....	99
Figura 60 – Comportamento térmico CPL com meio poroso biomórfico. ....	99

## Lista de tabelas

Tabela 1 – Equações de perda de carga integradas assumindo-se gás ideal. ....	19
Tabela 2 – Composição química nominal do pó de Alumina A1000SG. ....	24
Tabela 3 – Composição química nominal do pó de Mulita 140F. ....	25
Tabela 4 – Composição química nominal do carbono ativado 147. ....	25
Tabela 5 – Composição química nominal do pó de alumínio - Stanlux Flake CL 4010. ....	26
Tabela 6 – Grupos de moagem e seus parâmetros de moagem. ....	28
Tabela 7 – Porosidade por princípio de Arquimedes e geométrica. ....	48
Tabela 8 – Resultados da técnica PIM. ....	50
Tabela 9 – Pressão capilar teórica e medida, e diâmetro crítico. ....	51
Tabela 10 – Resultados de permeabilidade darciana e não-darciana. ....	60
Tabela 11 – Porosidade por análise de imagem. ....	64
Tabela 12 – Comparação de tamanho de poros. ....	68
Tabela 13 – Simulação de constante de permeabilidade darciana por análise de imagem. ....	73
Tabela 14 – Porosidade por princípio de Arquimedes e geométrica. ....	85
Tabela 15 – Pressões capilares e diâmetro crítico. ....	85
Tabela 16 – Resultados de permeabilidade darciana e não-darciana. ....	93
Tabela 17 – Comparação entre os diâmetros críticos das estruturas biomórficas. ....	98
Tabela 18 – Resumo de caracterizações em amostras de colagem por barbotina. ....	101
Tabela 19 – Resumo de caracterizações em amostras biomórficas. ....	102

## Lista de Abreviaturas, siglas e símbolos

Abreviaturas	Descrição
6/3	Amostras com parâmetros de moagem 6 horas e 3 horas
24/12	Amostras com parâmetros de moagem 24 horas e 12 horas
32/16	Amostras com parâmetros de moagem 32 horas e 16 horas
48/24	Amostras com parâmetros de moagem 48 horas e 24 horas
A	Representação da fase alumina
apuí	Estrutura vegetal e/ou cerâmica de apuí
Imagem 2-D	Imagens bidimensionais
IMAGO <sup>®</sup>	Software para análise digital de imagens IMAGO <sup>®</sup>
M	Representação da fase mulita
ratam	Estrutura vegetal e/ou cerâmica de ratam
ratam jovem	Estrutura vegetal e/ou cerâmica de ratam com pouca idade
S	Representação da fase silimanita
Sistema 3-D	Reconstrução tridimensional de imagens bidimensionais

Siglas	Descrição
ASM	Área Sólida Mínima
CPL	Capillary Pumped Loop
$\Delta G$	Energia Livre de Gibbs
GNC	Gases Não Condensáveis
LGA	Lattice Gas Automata
LHP	Loop Heat Pipe
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PIM	Porosimetria por Intrusão de Mercúrio
Re	Reynolds
$Re_i$	Reynolds intersticial
SBC	Sistema de Bombeamento Capilar
TC	Tubo de Calor

Símbolos	Descrição	Unidade
$\Delta P_{cap}$	Pressão capilar	[Pa]
A	Área do elemento poroso	[m <sup>2</sup> ]

$b$	Termo de relação da geometria de poros com empacotamento	[-]
$C_T(u)$	Função de autocorrelação	[-]
$d_{90p}$	Diâmetro de 90% das partículas	[m]
$d_{90}$	Diâmetro de 90% dos poros	[m]
$d_c$	Diâmetro crítico de poros	[m]
$d_{cel}$	Diâmetro médio de célula	[m]
$d_p$	Diâmetro de partícula	[m]
$d_{perc}$	Diâmetro de percolação	[m]
$fr_{sol}$	Fração espacial de sólidos	[%]
$fr_{vaz}$	Fração espacial de vazios	[%]
$g$	Aceleração da gravidade	[m/s <sup>2</sup> ]
$h$	Coluna de líquido no ensaio de extrusão capilar	[m]
$h_{lv}$	Calor latente de vaporização do fluido	[kJ/kg]
$k_1$	Constante de permeabilidade darciana	[m <sup>2</sup> ]
$k_2$	Constante de permeabilidade não-darciana	[m]
$k_k$	Parâmetro de Kozeny	[-]
$\dot{m}$	Vazão mássica	[kg/s]
$P_0$	Pressão na saída do sistema	[Pa]
$P_1$	Pressão na entrada do sistema	[Pa]
$P_d$	Pressão na qual as propriedades do fluido foram determinadas	[Pa]
$P_g$	Pressão do gás no ensaio de extrusão capilar	[Pa]
$P_{pim}$	Pressão para intrusão do líquido não-molhante na estrutura	[Pa]
$\dot{V}$	Vazão volumétrica	[m <sup>3</sup> /s]
$\dot{Q}$	Potência aplicada no CPL	[W]
$S_0$	Área superficial específica	[m]
$T_{cond}$	Temperatura no condensador	[°C]
$T_{res}$	Temperatura no reservatório	[°C]
$u$	Distância de deslocamento arbitrário no plano da imagem	[m]
$v$	Velocidade do fluido	[m/s]
$Z_T(i,j)$	Fase em consideração	[-]



$Z_T(i+u,j)$	Fase em consideração com deslocamento arbitrário u	[-]
$\varepsilon$	porosidade	[%]
$\varepsilon(r)$	Fração espacial de vazios após operação de erosão dilatação	[%]
$\theta$	Ângulo de contato entre o sólido e o fluido	[°]
$\mu$	Viscosidade do fluido	[Pa.s]
$\rho$	Densidade do fluido	[kg/m <sup>3</sup> ]
$\rho_a$	Densidade aparente	[kg/m <sup>3</sup> ]
$\rho_{vol}$	Densidade da parte sólida	[kg/m <sup>3</sup> ]
$\sigma$	Tensão superficial do líquido	[N/m]
$\sigma_0$	Resistência à compressão do material com ausência de porosidade	[MPa]
$\sigma_{com}$	Módulo de ruptura sob compressão	[MPa]

## SUMÁRIO

1	Introdução e Justificativa .....	1
2	Revisão de Literatura.....	4
2.1	SISTEMAS DE BOMBEAMENTO CAPILAR .....	4
2.1.1	<i>Tubo de Calor</i> .....	4
2.1.2	<i>Circuito de Tubos de Calor – LHP</i> .....	6
2.1.3	<i>Circuito de Bombas Capilares – CPL</i> .....	7
2.1.3.1	Capilaridade.....	9
2.2	COLAGEM POR BARBOTINA.....	10
2.2.1	<i>Características Reológicas da Suspensão</i> .....	11
2.3	REPLICAÇÃO DE BIOESTRUTURAS .....	13
2.3.1	<i>Estrutura Vegetal</i> .....	13
2.3.2	<i>Replicação por Infiltração de Alumínio</i> .....	14
2.4	PERMEABILIDADE .....	17
2.4.1	<i>Modelagem Matemática de Permeabilidade</i> .....	19
2.4.2	<i>Regime de Escoamento Viscoso e Inercial em um Meio Poroso</i> .....	22
3	Materiais e Metodos.....	24
3.1	MATERIAIS .....	24
3.1.1	<i>Alumina</i> .....	24
3.1.2	<i>Mulita</i> .....	24
3.1.3	<i>Carbono Ativado</i> .....	25
3.1.4	<i>Aditivos Utilizados na Colagem por Barbotina</i> .....	25
3.1.5	<i>Estruturas Vegetais</i> .....	26
3.1.6	<i>Alumínio</i> .....	26
3.1.7	<i>Fluidos de Trabalho</i> .....	26
3.2	PROCESSAMENTO .....	27
3.2.1	<i>Colagem por Barbotina</i> .....	27
3.2.1.1	Preparação da suspensão aquosa .....	27
3.2.1.2	Produção dos elementos porosos cerâmicos .....	28
3.2.1.3	Processo de moagem da barbotina .....	28
3.2.1.4	Processo de tratamento térmico .....	29

3.2.2	<i>Replicação de Estruturas Vegetais</i> .....	29
3.2.2.1	Biomodelagem .....	29
3.3	DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICAS .....	32
3.3.1	<i>Determinação de Fases Cristalográficas Presentes</i> .....	32
3.3.2	<i>Determinação de Porosidade e Distribuição de Tamanho de Poros</i> ....	33
3.3.2.1	Princípio de Arquimedes .....	33
3.3.2.2	Densidade aparente e porosidade geométrica .....	34
3.3.2.3	Porosimetria por intrusão de mercúrio .....	34
3.3.3	<i>Extrusão Capilar</i> .....	35
3.3.4	<i>Permeametria Gasosa</i> .....	36
3.3.5	<i>Cálculo de Velocidade do Fluido no Elemento Poroso</i> .....	38
3.3.6	<i>Análise de Imagens</i> .....	39
3.3.6.1	Porosidade por análise de imagens .....	40
3.3.6.2	Determinação de função de autocorrelação .....	40
3.3.6.3	Determinação da distribuição do tamanho de poros .....	41
3.3.6.4	Reconstrução 3-D .....	41
3.3.6.5	Simulação de permeabilidade .....	41
3.3.7	<i>Ensaio Mecânico de Compressão</i> .....	42
3.4	ENSAIO DE COMPORTAMENTO TÉRMICO DOS CPL'S .....	43
4	Resultados e Discussão .....	45
4.1	COLAGEM POR BARBOTINA .....	45
4.1.1	<i>Determinação de Fases Cristalográficas Presentes</i> .....	45
4.1.2	<i>Caracterização Microestrutural</i> .....	46
4.1.3	<i>Porosidade e Porosimetria</i> .....	48
4.1.3.1	Porosidade geométrica e por princípio de Arquimedes .....	48
4.1.3.2	Porosimetria por intrusão de mercúrio .....	49
4.1.4	<i>Extrusão Capilar</i> .....	51
4.1.5	<i>Permeametria Gasosa</i> .....	52
4.1.6	<i>Análise de Imagem</i> .....	61
4.1.6.1	Porosidade por análise de imagens .....	64
4.1.6.2	Determinação de função de autocorrelação .....	65
4.1.6.3	Determinação de distribuição do tamanho de poros .....	66
4.1.6.4	Reconstrução 3-D .....	69

4.1.6.5	Simulação de permeabilidade.....	72
4.1.7	<i>Ensaio Mecânico de Compressão</i> .....	74
4.2	BIOMODELAGEM .....	77
4.2.1	<i>Caracterização Microestrutural</i> .....	77
4.2.2	<i>Determinação de Porosidade</i> .....	84
4.2.2.1	Porosidade geométrica e por Arquimedes.....	85
4.2.3	<i>Extrusão Capilar</i> .....	85
4.2.4	<i>Permeametria Gasosa</i> .....	86
4.2.5	<i>Análise de Imagem</i> .....	94
4.2.5.1	Determinação de distribuição de tamanho de poros.....	94
4.3	ENSAIO DE COMPORTAMENTO TÉRMICO DOS CPL'S .....	98
4.4	RESUMO DE CARACTERIZAÇÕES REALIZADAS .....	101
5	Conclusões .....	103
6	Referências.....	106

# 1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

Sistemas de bombeamento capilar têm se mostrado adequados para controle térmico e isothermalização de componentes eletrônicos em satélites e estações orbitais, capazes de transferir altas cargas de calor com pequenos gradientes de temperatura [Ku et al., 1989 apud Bazzo, 1996].

Primeiramente propostos para utilização em processos de controle térmico de satélites e estações espaciais em 1966, estes sistemas só receberam maior interesse por parte dos EUA e da Rússia no final da década de 70.

Na Figura 1, a linha cronológica de alguns experimentos realizados em micro-gravidade é apresentada.

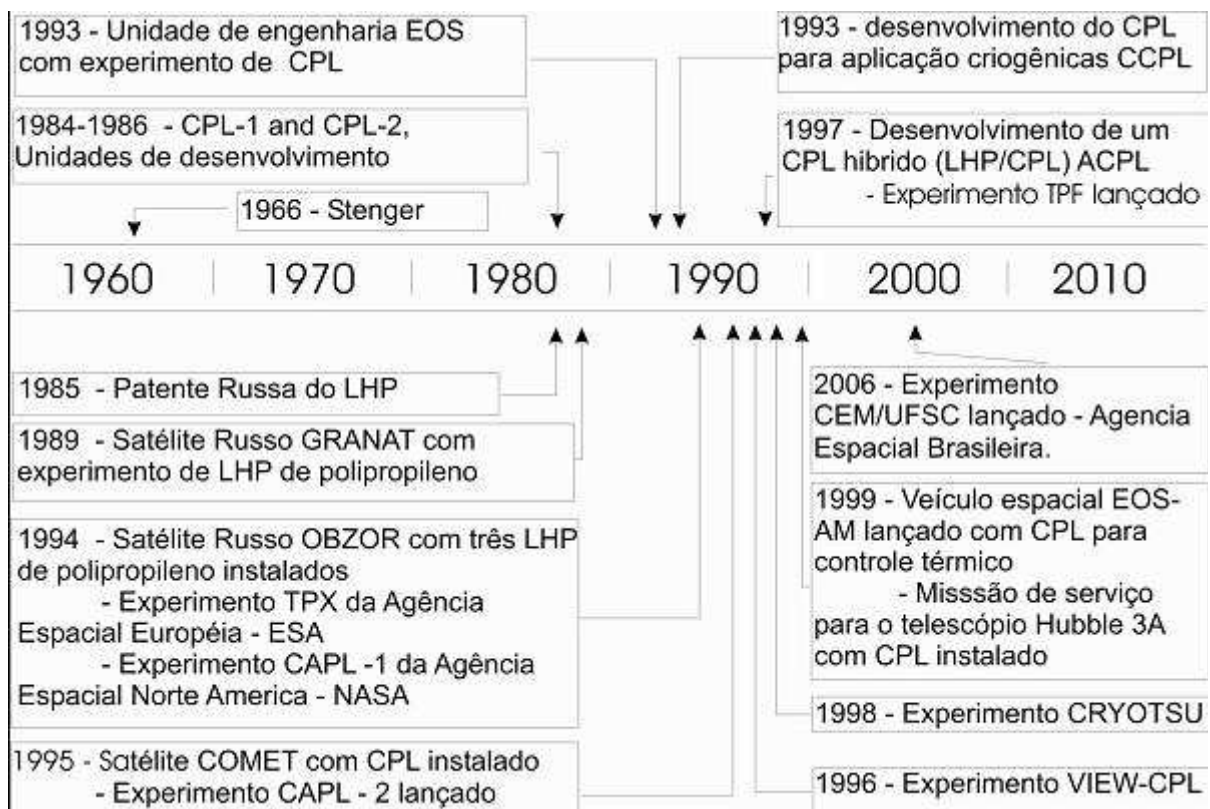


Figura 1 – linha cronológica de alguns desenvolvimento, testes e aplicações de CPL e LHP [Wrenn, 2004].

Nesta figura estão apresentados não estão apresentados todos os desenvolvimentos, testes e aplicações dos CPL's e LHP's. Pode observar-se que

este tipo de sistema de controle térmico é majoritariamente voltado para aplicações aeroespaciais.

Entre a metade da década de 80 e o início da década de 90 foram feitos diversos desenvolvimentos e estudos com CPL's e LHP's. Em 1992, no Brasil, mais especificamente na Universidade Federal de Santa Catarina, em parceria com IKE – Universidade de Stuttgart e Forschungszentrum Jülich da Alemanha – os desempenhos de circuitos de bombas capilares – *Capillary Pumped Loop* – CPL – foram analisados com o intuito de torná-los competitivos para usos gerais. Na ocasião, CPL's foram colocados em paralelo para serem testados com diferentes cargas térmicas. As estruturas capilares destes CPL's eram compostas por tubos de alumínio com ranhuras circunferenciais internas [Bazzo, 1996]. Elementos porosos de níquel e aço inoxidável também foram desenvolvidos para a aplicação em CPL's. Utilizando-se pó de níquel (Carbonila NP-123), uma porosidade em torno de 45% foi obtida, com tamanho crítico de poros de 3  $\mu\text{m}$ . Utilizando-se pó de aço inoxidável (AISI316L) foi obtida porosidade em torno de 40% e tamanho crítico de poro de 3,5  $\mu\text{m}$  [Reimbrecht, 2003].

Após o desenvolvimento de estruturas porosas metálicas, foi modificado o foco das pesquisas, na área de materiais, para a fabricação de elementos porosos cerâmicos. Para essa aplicação, porosidades maiores que 40% e tamanho crítico de poros de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  são propriedades desejadas [Reimbrecht et al., 2002]. No entanto, poucos são os trabalhos encontrados na literatura abordando a obtenção de estruturas porosas cerâmicas para aplicação em sistemas de bombeamento capilar. Todavia, considerando que estas estruturas apresentam características interessantes para tal aplicação, por exemplo, baixo coeficiente de condutividade térmica, o qual dificultaria a passagem do calor para o canal de líquido, faz-se necessário um estudo mais aprofundado das mesmas [Rassamakin et al., 2002]. Por este motivo, e pela inexistência de tecnologia nacional para obtenção de estruturas porosas cerâmicas para utilização na indústria aeroespacial e no contexto do programa espacial brasileiro, este trabalho foi proposto.

O objetivo deste trabalho é, portanto, fabricar e caracterizar meios porosos cerâmicos para utilização em sistemas de bombeamento capilar através de dois processos distintos de fabricação: colagem por barbotina e biomodelagem. Para a adequação aos materiais cerâmicos, foram construídos dois circuitos de bombeamento capilar com geometria plana.

Os objetivos específicos a serem alcançados são:

- Fabricar meios porosos cerâmicos por colagem por barbotina;
- Fabricar meios porosos cerâmicos por biomodelagem;
- Caracterizar porosidade, pressão capilar, diâmetro crítico, densidade volumétrica, diâmetro de percolação da estrutura, tamanho e distribuição de poros, morfologia e resistência mecânica das estruturas cerâmicas;
- Comparar os comportamentos térmicos dos CPL's, frente à técnica de fabricação.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Sistemas de Bombeamento Capilar

Sistemas de bombeamento capilar – SBC – compõem uma classe de sistemas bifásicos de troca de calor passivo, também conhecidos como supercondutores térmicos, devido a sua capacidade de transferência de altas cargas térmicas com baixos gradientes de temperatura [Peterson, 1994]. Os SBC's mais relevantes para serem exemplificados neste trabalho são os tubos de calor, TC – *heat pipes* –, os circuitos de tubos de calor – *Loop Heat Pipes*, LHP – e os circuitos de bombas capilares – *Capillary Pumped Loop*, CPL.

#### 2.1.1 Tubo de Calor

Tubos de calor são conhecidos pela sua baixa susceptibilidade à presença de gases não condensáveis – GNC. Estes sistemas são fechados e podem ser compostos por tubos de paredes lisas ou paredes com ranhuras [Dunn e Reay, 1994]. No primeiro caso, o fluido retorna à zona quente por ação da gravidade, sendo para isso necessária uma inclinação do sistema. No segundo caso, as ranhuras serão responsáveis por fornecer a ação capilar para o bombeamento do fluido da zona fria para a zona quente.

O funcionamento deste tipo de sistema ocorre da seguinte forma: na zona quente – o evaporador – o fluido absorve energia até a temperatura onde ele muda da fase líquida para a fase vapor. Assim, por diferença de pressão, o fluido é expulso do evaporador e se desloca até a zona de rejeição de calor – o condensador. Neste ponto do sistema, o fluido perde energia para o meio e muda novamente para a fase líquida. Desta maneira, o calor da zona quente é transportado à zona fria. Agora no condensador, o líquido retorna à zona quente por ação da gravidade, nos tubos lisos, ou por ação capilar nos tubos com ranhuras. Assim, forma-se um ciclo de evaporação e condensação. Um esquema de funcionamento do tubo de calor pode ser visto na Figura 2.



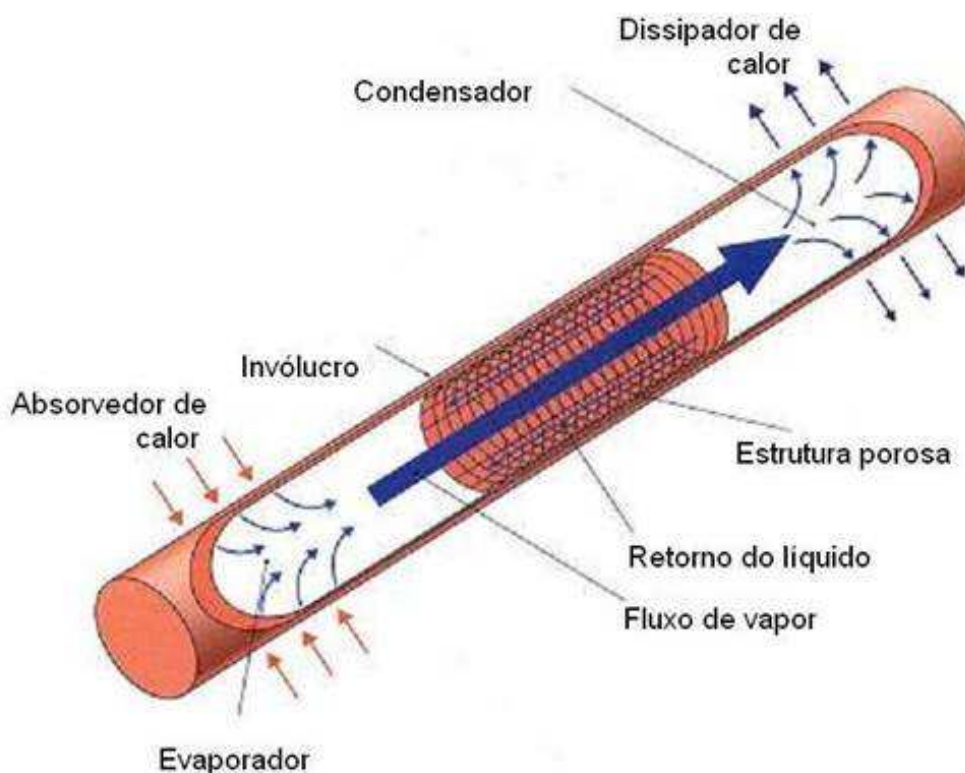


Figura 2 – Esquema de funcionamento de um tubo de calor.

Com a demanda do transporte de maiores cargas térmicas, devido a projetos cada vez mais audaciosos e trabalhando muito perto dos limites de funcionamento dos TC, maiores quantidades de TC's necessitaram ser adicionados para suprir as demandas térmicas dos projetos. Assim, sistemas similares foram desenvolvidos, porém com limites de funcionamento mais amplos. Estes sistemas separaram a zona fria da zona quente por uma zona adiabática, com comprimentos de até algumas dezenas de metros. Esta separação só foi possível pela incorporação de uma estrutura porosa ao evaporador. Estes novos sistemas são os circuitos de tubos de calor e os circuitos de bombas capilares apresentados a seguir.

### 2.1.2 Circuito de Tubos de Calor – LHP

Estes sistemas apresentam grande capacidade de bombeamento capilar, devidas às estruturas porosas que fornecem a força capilar com pressões da ordem de  $10^4$  Pa [Maydanik, 2005]. Com isso, o evaporador e o condensador podem ser separados por dezenas de metros. LHP's apresentam uma câmara de compensação na entrada do evaporador, estrutura que confere ao sistema uma maior capacidade de impedir o colapso no momento de partida. Um desenho esquemático de um LHP pode ser visto na Figura 3.

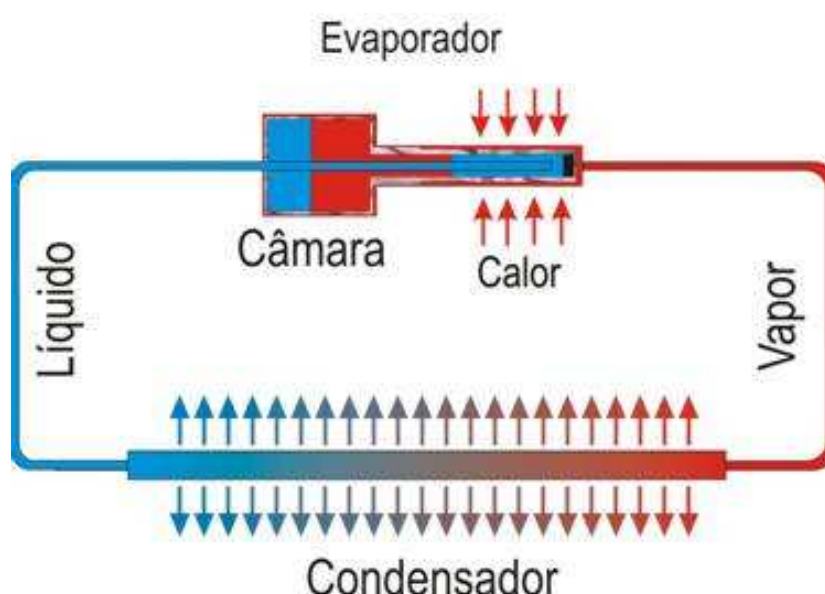


Figura 3 – Esquema de funcionamento de um LHP.

Este dispositivo apresenta uma relativa capacidade de controle de temperatura, visto que a câmara de compensação de líquido é próxima ao evaporador capilar. Com isso, parte do calor é absorvida por ela, fazendo com que a pressão de saturação aumente, o que, conseqüentemente, aumenta a temperatura de operação do sistema. Um dispositivo similar ao LHP é o CPL.

### 2.1.3 Circuito de Bombas Capilares – CPL

Estes sistemas são compostos por um evaporador capilar, um condensador, um reservatório distante do evaporador e linhas para condução de fluido ao longo do circuito. Um desenho esquemático de um CPL pode ser visto na Figura 4.

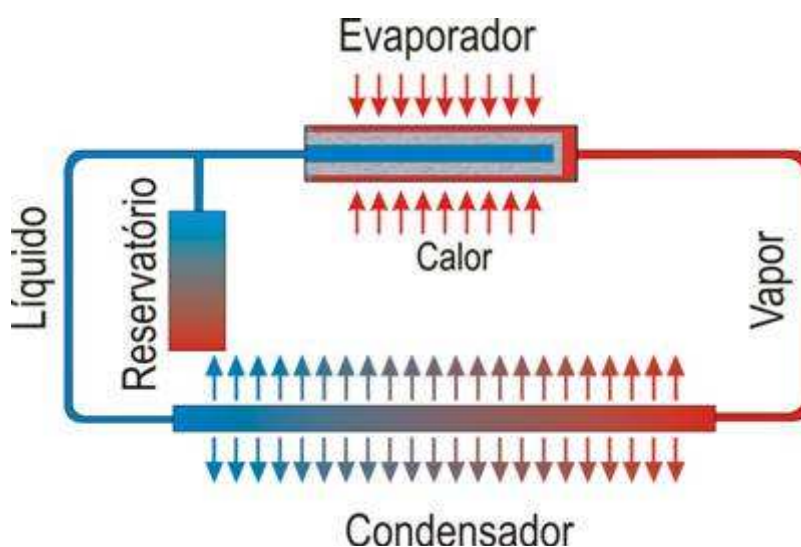


Figura 4 – Esquema de funcionamento de um CPL.

A principal diferença entre o LHP e o CPL é o reservatório. Esse, além da função de armazenamento para o fluido utilizado no sistema, possui a função de regular a temperatura na qual o fluido irá evaporar, e conseqüentemente, a temperatura da superfície do evaporador capilar. No CPL, podem ocorrer maus funcionamentos do sistema no processo de partida, que podem estar relacionados às deficiências no carregamento de fluido no sistema [Ku e Hoang, 1997], ou decorrentes à incapacidade do reservatório de manter o circuito totalmente inundado. Este fato promoverá a nucleação de bolhas no circuito, que acarreta o colapso do sistema por superaquecimentos do fluido, pois este não está em plena movimentação [Lin, 1994]. Alguns autores sugerem bombas de partida, ligadas diretamente ao evaporador, ou a inserção de micro tubos de calor, no interior dos canais de líquido, que trocam de calor com partes mais frias do líquido, para assegurar a movimentação do fluido e o adequado funcionamento do sistema [Ku et al., 1998].

Em relação ao próprio evaporador capilar, o momento da partida é crucial para o funcionamento do sistema. Neste momento, o fluido ainda não está em circulação e isso pode propiciar a nucleação de bolhas que levarão a um superaquecimento no interior do evaporador, ocasionando o colapso do sistema. Para contornar este problema, foi sugerida a incorporação de uma câmara de compensação na saída da bomba capilar [Hoang, 1997].

Existem várias formas de se obter uma estrutura capilar. No trabalho de Bazzo, CPL's foram dispostos em paralelo para serem testados com diferentes cargas térmicas [Bazzo, 1996]. As estruturas capilares destes CPL's eram compostas por tubos de alumínio com ranhuras circunferenciais internas. Este tipo de CPL foi testado em microgravidade em um vôo orbital utilizando um laboratório na Estação Espacial Internacional, em 2006, um vôo que fez parte da Missão Centenário, coordenada pela Agência Espacial Brasileira – AEB. Nesta ocasião, foi comprovado o funcionamento deste CPL através da verificação do mesmo comportamento obtido por testes laboratoriais realizados em Terra, qualificando-se assim este tipo de CPL para uso em aplicações aeroespaciais [Bazzo, 2006].

Estruturas capilares metálicas, tanto de níquel quanto de aço inoxidável foram desenvolvidas para a aplicação em CPL's. Utilizando-se pó de níquel carbonila (NP-123) foi obtida porosidade em torno de 45% com tamanho de poros de 3  $\mu\text{m}$ . No segundo caso, utilizando-se pó de aço inoxidável AISI316L foi obtida uma porosidade em torno de 40% e tamanho de poros de 3,5  $\mu\text{m}$  [Reimbrecht, 2003].

Materiais cerâmicos que apresentaram porosidade de 40% foram desenvolvidos para a realização de um estudo prático e teórico de CPL's [Camargo, 2004]. Estes elementos porosos foram produzidos com geometria tubular. Na montagem do CPL com estas estruturas, ocorreram perdas por fratura da estrutura cerâmica durante a montagem no interior de um tubo ranhurado.

Outro trabalho foi realizado na tentativa de obterem-se meios porosos com maior porosidade [Tabalipa, 2005]. Neste trabalho foi utilizada a técnica de conformação de colagem por barbotina introduzindo a erva mate como agente formador de poros utilizando a proposta de Almeida [Almeida, 2002]. No entanto, a remoção térmica da erva mate produzia resíduos da ordem de 10% em relação à massa adicionada [Tabalipa, 2004].

Procurando reduzir a quantidade de resíduos oriundos da decomposição da erva mate, foi proposta a utilização de um material que apresentasse menos

resíduos na remoção térmica [Berti, 2006]. Para tal proposta, foi selecionado o carbono ativado, que apresenta alta área superficial, para favorecer o processo de oxidação. A remoção do agente formador de poros foi de 100%. Todavia, sua introdução em uma suspensão com mulita e alumina pode provocar a desestabilização da suspensão. Com o tratamento de superfície do carbono e estudo da reologia da barbotina foi obtida uma suspensão com características adequadas para realização do processo de colagem por barbotina [Berti, 2006].

As estruturas porosas são responsáveis por proporcionar a força motriz para a movimentação do fluido de trabalho pelo circuito. Esta força motriz é a capilaridade.

### 2.1.3.1 *Capilaridade*

Capilaridade é um fenômeno no qual se observa a superfície de um fluido subir ou descer quando em contato com a parede de tubos muito finos. O fenômeno é nomeado capilaridade porque os primeiros testes relacionados a este tema foram conduzidos em finos tubos de vidro, chamados de capilares.

A equação de Young–Laplace define a diferença de pressão capilar entre um sistema com duas fases e limitados por superfícies. A equação de Young–Laplace pode ser escrita como

$$\Delta P_{cap} = \frac{4\sigma\cos\theta}{d_c} \quad (1)$$

Onde,  $\Delta P_{cap}$  é a pressão capilar,  $\sigma$  é a tensão superficial do líquido de trabalho,  $\theta$  é o ângulo de contato entre o líquido e a superfície sólida e  $d_c$  é o diâmetro crítico do capilar.

Esta  $\Delta P_{cap}$  em sistemas de bombeamento capilar é promovida pela estrutura capilar que, de acordo com o seu  $d_c$  fornece uma pressão capilar limite. A  $\Delta P_{cap}$  deve ser maior que o somatório das perdas de carga no circuito.

## 2.2 Colagem por Barbotina

Normalmente, a colagem (*casting*) de uma cerâmica é realizada a temperatura ambiente, na qual as partículas cerâmicas são dispersas em um líquido e vazadas dentro de um molde poroso o qual remove o líquido e propicia a compactação do particulado. Existe um grande número de variações para este tipo de processo, dependendo da viscosidade da suspensão de pó cerâmico, do molde (geralmente gesso) e do próprio procedimento utilizado. O processo comumente utilizado é a colagem por barbotina (*slip casting*) [Richerson, 1992]. Um fluxograma deste processo pode ser visto na Figura 5.

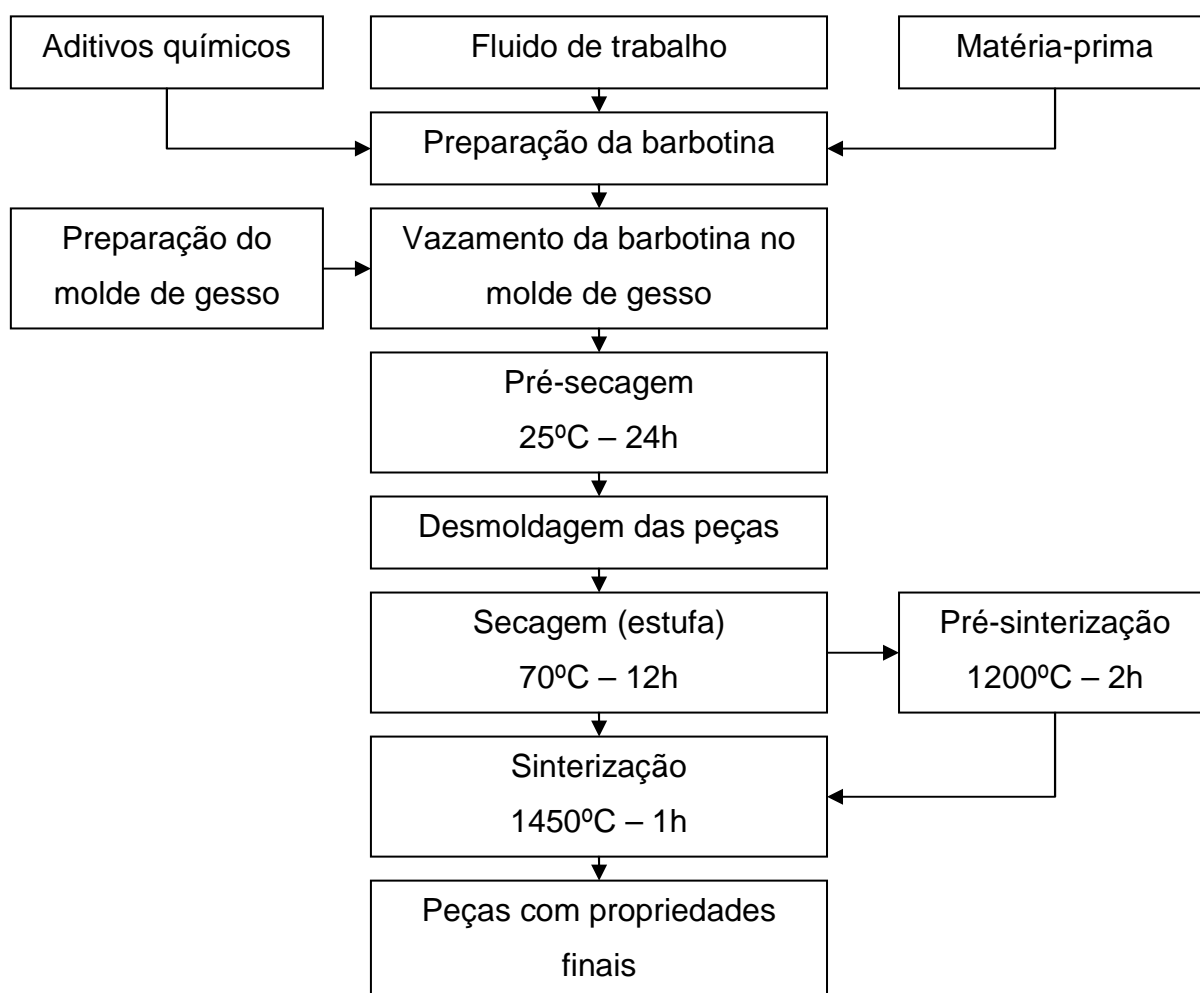


Figura 5 – Fluxograma do processo de colagem por barbotina.

A preparação da barbotina compreende a adição das matérias-primas, líquido e aditivos (defloculantes, ligantes, modificadores de pH). Para cominuição das partículas, a mistura é submetida à moagem.

De modo que a peça, após a secagem, forneça propriedades mecânicas adequadas, com baixos defeitos provenientes da fabricação, assim como homogeneidade microestrutural, é necessário que a barbotina apresente certas características reológicas.

### 2.2.1 Características Reológicas da Suspensão

Para o processo de vazamento no molde é recomendável que a barbotina apresente as seguintes propriedades reológicas: viscosidade de aproximadamente 100 mPa.s [Richerson, 1992] na taxa de cisalhamento compreendida entre 10 a 100 s<sup>-1</sup> [Reed, 1994].

Quanto à característica dos corpos conformados e sinterizados, o estado de aglomeração das partículas afeta a densidade e a microestrutura dos compactados verdes, as quais determinam as propriedades das cerâmicas sinterizadas. Suspensões dispersas geralmente proporcionam compactos com alta densidade a verde e microestrutura homogênea.

O fato de tais suspensões gerarem um bom empacotamento de partículas possibilita que os corpos conformados apresentem baixas retrações após secagem e queima. Esta característica facilita o controle dimensional das peças, o que é muitas vezes uma das exigências mais importantes de um produto cerâmico. A ausência de aglomerados resulta em corpos com alta densidade após a sinterização e menor concentração de defeitos.

Após secagem, as peças são pré-sinterizadas, caso seja necessário um processo de usinagem para controlar a precisão dimensional, e então sinterizadas a temperaturas mais elevadas para a densificação do material.

A grafite, em meio aquoso, apresenta dispersibilidade inferior em relação aos óxidos, carbetos e outros materiais. No processo de dispersão, a fase líquida deve inicialmente molhar a superfície externa do material e também substituir o ar contido no interior dos aglomerados de partículas. Tais aglomerados são então quebrados com auxílio de agitação mecânica, expondo a superfície de cada

partícula ao líquido. Dessa forma, as superfícies tornam-se disponíveis para a atuação dos aditivos químicos e conseqüente estabilização.

Embora a baixa molhabilidade da grafite seja uma das suas principais vantagens com relação ao desempenho do refratário a altas temperaturas, essa característica dificulta o processamento dos materiais que contêm essa matéria-prima. A reduzida molhabilidade da grafite impede que haja uma adequada dispersão e homogeneização das partículas do material e pode comprometer o comportamento reológico de suspensões contendo essa matéria-prima.

A introdução do carbono ativado na barbotina desestabiliza a suspensão, devido ao seu efeito floculante, propiciando a separação de fases, em que o carbono mantém-se na superfície, com uma zona de transição e o pó cerâmico fica ligeiramente misturado com uma pequena parte de carbono ativado na parte inferior da mistura.

Suspensões contendo materiais com características superficiais diferentes são denominadas de suspensões multifásicas; misturas de carbono ativado com mulita e alumina se enquadram neste tipo de classificação. A preparação de suspensões multifásicas envolve a dispersão simultânea de diferentes materiais no meio líquido (heterodefloculação), a fim de se obter uma suspensão estável e homogênea. Entretanto, a estabilização dessas suspensões é complexa, pelo fato da mistura de pós apresentar características diferentes entre si tais como: densidade, natureza química, granulometria e ponto isoelétrico.

A natureza química dos materiais acarreta um comportamento diferenciado no desenvolvimento de cargas na superfície e, conseqüentemente, na interação com os dispersantes. Diferenças com relação à densidade e à granulometria dos materiais podem proporcionar taxas de sedimentação distintas, o que compromete a homogeneidade e a estabilização final da mistura [Oliveira et al., 2000].

De acordo com Oliveira et al. [2000a], o carbono apresenta baixa molhabilidade em água, porém sua estabilização é possível, sendo determinado um pH ideal para a suspensão. Em pH básico, um defloculante à base de poliacrilato de sódio apresenta maior dissociação de íons. Quando adsorvidas na superfície das partículas em condições de maior dissociação, as cargas do polieletrólito proporcionam maior repulsão entre as partículas, evitando assim a formação de aglomerados.



## 2.3 Replicação de Bioestruturas

Dentre as técnicas de obtenção de estruturas porosas cerâmicas, pode ser citada a biomodelagem. Nesta, uma estrutura vegetal é convertida em uma estrutura cerâmica, mantendo-se praticamente toda a estrutura celular do vegetal de origem. Por esta técnica, fibras biomórficas de bambu foram obtidas pela redução carbotérmica da sílica, naturalmente presente no bambu [Rambo, 2001]. Através da utilização da biomodelagem, alumina biomórfica também foi gerada pela infiltração de alumínio gasoso em preformados vegetais e subsequente oxidação [Rambo, 2005].

### 2.3.1 Estrutura Vegetal

Por mais que estes materiais de origem vegetal sejam substituídos por materiais mais nobres, constantemente são descobertas novas atribuições para os mesmos [Byrne et al., 1997]. Na natureza encontram-se vários materiais com propriedades funcionais distintas, as quais foram desenvolvidas ao longo dos tempos em função das condições ambientais as quais estes vegetais foram expostos. Dentre as propriedades intrínsecas às plantas devido à evolução, algumas merecem maior atenção para aplicações tecnológicas. Estas evoluções chegaram a tal ponto onde os organismos vivos passaram a utilizar mais de um composto para desenvolver determinadas propriedades [Vincent e Currey, 1980 apud Rambo, 2006].

Um exemplo disso é a utilização de celulose, lignina ou minerais para desenvolver um sistema de proteção contra outros organismos. Outra característica dos vegetais são os vasos de condução de fluidos através da extensão da planta. Esta característica pode ser utilizada para aplicações onde propriedades de condução de líquido são requeridas [Vincent e Currey, 1980 apud Rambo, 2006].

Assim, o desenvolvimento de novos materiais cerâmicos a partir de bioestruturas requer o controle do processo de transformação destas estruturas, objetivando a obtenção de componentes cerâmicos com microestrutura hierárquica semelhante à original. Este é um processo de mimetismo desenvolvido pela

engenharia para gerar materiais sintéticos com capacidade de reproduzir características em escala micrométrica dos vegetais, conhecido como biomodelagem [Rambo, 2006].

Esta transformação pode reproduzir os canais unidirecionais que as plantas utilizam para a condução de fluido com precisão. Como exemplo, o bambu é um compósito natural cuja estrutura básica é uma matriz orgânica constituída de lignina (32% em massa) e celulose (hemicelulose 61%), com feixes vasculares dispersos no interior. As fibras do bambu são pequenas, compostas de células espessas dispostas em feixes vasculares [Liese, 1992].

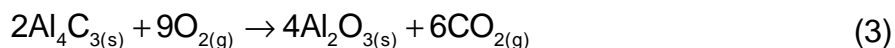
### 2.3.2 Replicação por Infiltração de Alumínio

Uma maneira de produzir meios porosos cerâmicos é a replicação de estruturas vegetais, transformando-as em óxidos cerâmicos. Observando-se que estruturas vegetais utilizam a capilaridade para bombeamento de fluidos, provenientes da raiz, a serem conduzidos para as partes mais elevadas do vegetal, verificou-se a possibilidade de obtenção de estruturas porosas adequadas para utilização em evaporadores capilares.

A síntese de estruturas cerâmicas altamente porosas com poros unidirecionais consiste de três etapas. Na primeira, bioestruturas de carbono – preformado – são obtidas a partir de tecidos naturais através da pirólise das estruturas em atmosfera inerte. Na segunda, o preformado é infiltrado com vapor de alumínio, em alta temperatura e sob vácuo, resultando em um carbetto de alumínio –  $\text{Al}_4\text{C}_3$ . A reação que compreende esta etapa pode ser vista na equação (2).



A reação de formação do  $\text{Al}_4\text{C}_3$  é termodinamicamente favorável em altas temperaturas ( $\Delta G_{1600^\circ\text{C}} \approx -470 \text{ kJ}$ ). Este composto químico –  $\text{Al}_4\text{C}_3$  – apresenta poucas aplicações associadas devido à sua baixa estabilidade química. A última etapa consiste então, na oxidação e sinterização, convertendo o  $\text{Al}_4\text{C}_3$  em alumina,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Esta reação pode ser representada pela equação (3).



A reação de conversão a 1000°C do  $\text{Al}_4\text{C}_3$  em  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ocorre espontaneamente ( $\Delta G_{1000^\circ\text{C}} \approx -6156 \text{ kJ}$ ). O alumínio é infiltrado na estrutura em estado gasoso. Isso torna possível a conversão em uma estrutura cerâmica mantendo a anatomia original em escala micrométrica, o que significa que são mantidos poros com tamanhos sub- e micrométricos presentes na estrutura vegetal [Rambo et al., 2006]. Desta forma, estas estruturas são aproveitadas para obtenção de propriedades necessárias para aplicação de bombeamento capilar.

Neste processo, o vácuo é utilizado para que ocorra uma cinética de reação em escala similar ao tempo de processamento. Isso propicia ao vapor de alumínio apresentar um livre caminho médio da ordem de milímetros. O vácuo é utilizado em conjunto à temperatura de 1600°C, para aumentar a pressão parcial do vapor de alumínio a  $10^2 \text{ Pa}$ . Com estes parâmetros é possível a conversão da estrutura vegetal em um meio poroso cerâmico em algumas horas de processamento.

A porosidade que a estrutura cerâmica pode alcançar é em torno de 80%, dependendo a bioestrutura de partida [Rambo et al., 2005]. Além disso, a distribuição de poros desejada para aplicação pode ser encontrada em várias espécies nativas, devido à grande biodiversidade brasileira. Um exemplo de meio poroso cerâmico biomórfico obtido a partir de uma estrutura vegetal de ratam pode ser visto na Figura 6.

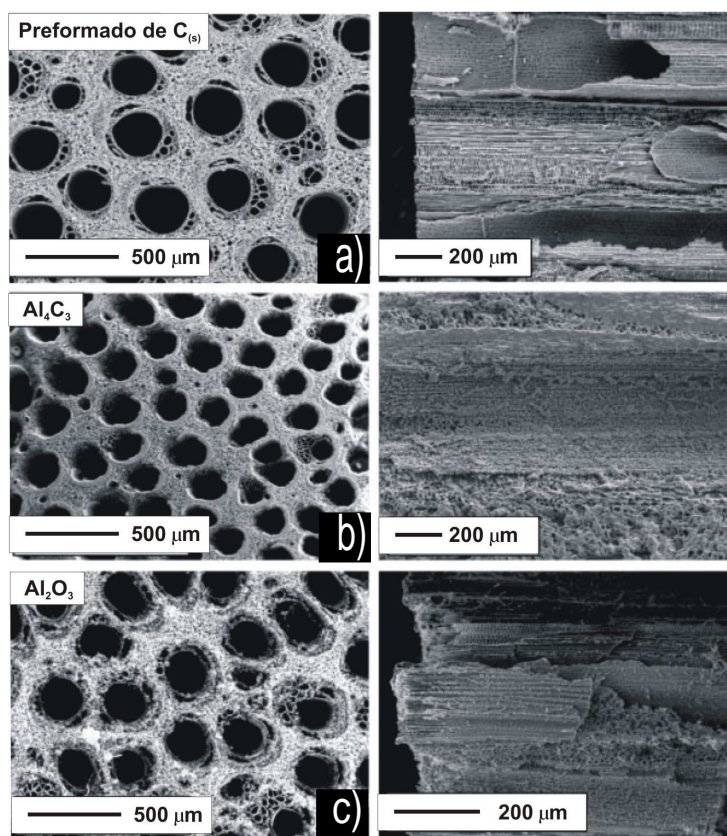


Figura 6 – Corte transversal e longitudinal do preformado de carbono (a); do preformado de  $\text{Al}_4\text{C}_3$  (b); da cerâmica biomórfica de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (c). [Rambo et al., 2005].

De acordo com a Figura 6 é possível verificar que a estrutura final mantém todas as características do componente inicial, em ambas as direções de corte, onde é possível verificar os poros unidirecionais. Por análises de difração de raios-x, foi verificado que todo o carbono é transformado em  $\text{Al}_4\text{C}_3$ , que por sua vez é todo transformado em  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [Rambo, 2005, 2008]. Esse é um ponto favorável ao funcionamento do sistema de bombeamento capilar por evitar formação de resíduos, que possam gerar gases não condensáveis e prejudicar a eficiência do CPL.

Com este processo, também, é possível a obtenção de carbetos de silício, quando a infiltração é feita com vapor de silício [Volgi et. al, 2002; Qian et al, 2005] e por outros carbetos utilizando-se o processo de sol-gel [Cao et al., 2004]. Trabalhos de biomodelagem encontrados na literatura mostraram ser possível a obtenção de meios porosos com porosidade entre 60 a 95% com tamanho de poros que podem variar de 10 a 1000 μm [Zollfrank et al., 2004; Volgi et al., 2002; Greil, 2001].

## 2.4 Permeabilidade

Nos sistemas de bombeamento capilar, o funcionamento do sistema está diretamente relacionado às perdas de cargas oriundas da movimentação do fluido ao longo do sistema. A equação (4) apresenta a dependência da perda de carga ao longo de uma estrutura em função da velocidade de acordo com a lei de Darcy.

$$-\frac{dP}{dx} = \frac{\mu}{k_1} v \quad (4)$$

Onde,  $-dP/dx$  é a perda de carga ao longo da direção de fluxo do fluido,  $\mu$  é a viscosidade absoluta do fluido e  $v$  é a velocidade do fluido ao longo da estrutura do meio poroso.

Esta equação mostra como varia a perda de carga de um fluido, ao longo dos espaços vazios da estrutura porosa, em função da velocidade de escoamento. A variação da perda de carga tem dependência linear com a velocidade de escoamento, em que a viscosidade do fluido sobre a constante de permeabilidade darciana,  $k_1$ , é o coeficiente angular da equação. A velocidade do fluido pode ser determinada pela equação (5)

$$v = \frac{\dot{V}}{A} \quad (5)$$

Onde,  $\dot{V}$  é a vazão volumétrica em  $m^3/s$ ,  $A$  é a área submetida ao escoamento do fluido em  $m^2$ .

A equação (6) apresenta a dependência da perda de carga ao longo de uma estrutura em função da velocidade de acordo com a lei de Forchheimer.

$$-\frac{dP}{dx} = \frac{\mu}{k_1} v + \frac{\rho}{k_2} v^2 \quad (6)$$

Onde,  $\rho$  é a densidade do fluido e  $k_2$  é a constante de permeabilidade não-darciana.

De acordo com Forchheimer, a dependência da perda de carga em função da velocidade é quadrática, em que a constante linear da equação é idêntica à encontrada na descrição de Darcy, e o coeficiente quadrático da equação é igual à relação densidade do fluido sobre constante de permeabilidade não-darciana.

Permeabilidade é considerada uma medida macroscópica da facilidade com a qual um fluido atravessa o meio poroso de uma estrutura com um determinado gradiente de pressão. Assim, a queda de pressão não é uma propriedade do fluido nem do meio poroso, é na verdade uma interação entre eles [Kaviany, 1999]. Por outro lado, as constantes de permeabilidade,  $k_1$  e  $k_2$ , consideram apenas características estruturais do meio poroso, desta forma, permanecem inalteradas com a modificação de fluido.

A constante de permeabilidade determinada de acordo com a lei de Darcy é obtida a partir de experimentos conduzidos a baixas velocidades para líquidos, e baixíssimas velocidades para gases, devido à característica compressível dos gases. Os efeitos viscosos são predominantes nesta modalidade de experimentação e se estabelece uma relação linear da perda de carga com a velocidade do fluido.

A lei de Forchheimer considera um comportamento parabólico da perda de carga em função da velocidade. De acordo com Innocentini et al. [2001], o método que utiliza a equação de Forchheimer é mais preciso e realista para caracterizar as constantes de permeabilidade de meios porosos. Neste método os efeitos inerciais do escoamento são considerados, o que torna possível a determinação das constantes de permeabilidade para velocidades de escoamento maiores.

A integração das equações (4) e (6) depende da compressibilidade dos fluidos. Diferentemente aos líquidos, os gases expandem-se ao longo do percurso do fluxo devido à queda na pressão, o que faz com a velocidade na saída seja maior que na entrada, afetando a perda de pressão. Aqui, este efeito é modelado em um gás ideal. Na Tabela 1 é apresentada a integração das equações para a permeabilidade de Darcy e Forchheimer de acordo com a compressibilidade do fluido [Colombo, 2005].

Tabela 1 – Equações de perda de carga integradas assumindo-se gás ideal.

Equação	Fluidos incompressíveis	Fluidos compressíveis
Darcy	$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{k_1} v \quad (7)$	$\frac{P_i^2 - P_0^2}{2 \cdot P_d \cdot L} = \frac{\mu}{k_1} v \quad (8)$
Forchheimer	$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{k_1} v + \frac{\rho}{k_2} v^2 \quad (9)$	$\frac{P_i^2 - P_0^2}{2 \cdot P_d \cdot L} = \frac{\mu}{k_1} v + \frac{\rho}{k_2} v^2 \quad (10)$

Na Tabela 1,  $\Delta P$  é a perda de carga,  $P_i$  a pressão na entrada do sistema,  $P_0$  a pressão na saída do sistema,  $P_d$  a pressão na qual foram determinadas as propriedades do fluido (neste trabalho foi utilizado pressão atmosférica) e  $L$  a espessura do corpo de prova.

O efeito da compressibilidade do fluido é mais pronunciado em materiais de baixa porosidade, pequeno tamanho de poros, alta tortuosidade, e pode ser alto em meio com alta porosidade dependendo da espessura da amostra, assim como da velocidade do fluido [Innocentini et al., 2000].

#### 2.4.1 Modelagem Matemática de Permeabilidade

As correlações comumente utilizadas para prever a permeabilidade em um meio poroso podem ser divididas em: modelos fenomenológicos, modelos baseados nos canais de fluxo, modelos geométricos, modelos estatísticos, modelos utilizando a equação de Navier-Stokes completa e modelos baseados no fluxo de fluido através dos espaços vazios de estruturas com geometria conhecida [Colombo, 2005].

Na engenharia, este último caso é comumente utilizado. Os casos disponíveis na literatura para este caso são: meio granular não consolidado, meio consolidado e meio fibroso [Colombo, 2005]. Será apresentada a modelagem de estrutura granular.

Modelos para a predição das constantes de permeabilidade em meios porosos cerâmicos têm sido desenvolvidos com base no escoamento de um fluido através em meio granular não consolidado. O modelo de Kozeny-Carman deriva da solução do modelamento de Hagen-Poiseuille e fornece um modelo matemático para

a constante de permeabilidade darciana [Kaviany, 1999; Colombo, 2005], e pode ser escrito como,

$$k_1 = \frac{\varepsilon^3}{K_k S_o^2 (1-\varepsilon)^2} \quad (11)$$

Onde,  $S_o$  é a área superficial específica, e  $K_k$  é o parâmetro de Kozeny.

A  $S_o$  pode ser determinada pelo método Brunauer-Emmett-Teller. Os valores para o parâmetro de Kozeny são função estrutura do meio utilizado, por exemplo, partículas esféricas apresentam o valor de 4,8 e partículas irregulares tem o valor de aproximadamente 5 [Colombo, 2005].

Verifica-se que esta modelagem utiliza apenas a porosidade e a área superficial específica para obter  $k_1$ . Uma estimativa do tamanho de partícula de uma partícula esférica específica em função da área superficial pode ser realizada pela equação (12)

$$d_p = \frac{6}{S_o} \quad (12)$$

Onde,  $d_p$  é o diâmetro médio de partícula que forma o meio granular. Outro método de modelagem foi proposto por Ergun [1952 apud Innocentini et al., 1999]. Neste modelo,  $k_1$  é dado por,

$$k_1 = \frac{\varepsilon^3 d_p^2}{150(1-\varepsilon)^2} \quad (13)$$

e  $k_2$  é dado por,

$$k_2 = \frac{\varepsilon^3 d_p}{1,75(1-\varepsilon)} \quad (14)$$

O diâmetro médio de partícula é facilmente determinado em um meio granular não consolidado, entretanto, em uma estrutura de esqueleto



interconectado, torna-se difícil determinar este valor. Para contornar isso, foi sugerido idealizar os grãos da estrutura como um cilindro de diâmetro igual ao diâmetro hidráulico dos espaços porosos da estrutura. O diâmetro hidráulico é determinado pela equação (15).

$$d_p = 4 \frac{\text{Volume disponível para o fluxo}}{\text{área total molhável}} \quad (15)$$

Matematicamente a equação (15) pode ser escrita como,

$$d_p = 4 \frac{(1-\varepsilon)}{\varepsilon S_o} \quad (16)$$

Utilizando a equação (12) é possível reescrever a equação (16) de acordo com a equação (17).

$$d_p = 1,5 \frac{(1-\varepsilon)}{\varepsilon} d_{cel} \quad (17)$$

Onde,  $d_{cel}$  é o diâmetro de média da célula da estrutura.

Assim as equações de Ergun para as constantes de permeabilidade darciana e não-darciana resolvidas para o diâmetro médio da célula da estrutura,  $d_{cel}$ , podem ser modeladas como,

$$k_1 = \frac{3\varepsilon d_{cel}^2}{200} \quad (18)$$

e,

$$k_2 = \frac{6\varepsilon^2 d_{cel}}{7} \quad (19)$$

## 2.4.2 Regime de Escoamento Viscoso e Inercial em um Meio Poroso

A determinação prévia do regime de escoamento de um fluido em uma estrutura porosa (laminar ou turbulento) é crucial para a predição da perda de carga de um fluido em determinada aplicação. Quando um escoamento é laminar a dependência da perda de carga em função da velocidade do fluido ( $\Delta P-v$ ) é linear, essa é uma característica de um escoamento viscoso. No entanto, quando a velocidade de escoamento aumenta, verificam-se desvios do comportamento previsto pela lei de Darcy. Estes desvios são atribuídos à contribuição de efeitos inerciais ao balanço de momento. Em todo o intervalo de velocidade do fluido os efeitos viscosos e inerciais estão presentes, entretanto, com o aumento da velocidade os efeitos inerciais tornam-se mais importantes, e espera-se que estes efeitos dominem e velocidades extremamente altas.

O número de Reynolds é uma forma de estimar qual o tipo de regime de escoamento que ocorre em uma estrutura. Ele foi originalmente desenvolvido para caracterizar o fluxo de um fluido através de um tubo de secção circular e correspondente à razão entre as forças inerciais e viscosas. Este parâmetro é dado por,

$$Re = \frac{\rho v d}{\mu} \quad (20)$$

Onde,  $\rho$  é a densidade do fluido,  $\mu$  é a viscosidade do fluido,  $v$  é a velocidade média do fluido e  $d$  o diâmetro do tubo.

Para a caracterização do regime de escoamento em meios porosos, tem sido utilizado o diâmetro da célula, e a velocidade superficial. A não padronização da utilização destes parâmetros levou à confusão de valores de regime de escoamento encontrados na literatura [Colombo, 2005].

O modelo utilizado para determinar o regime de escoamento dentro do CPL utilizado neste trabalho é conhecido como Reynolds intersticial [Colombo, 2005], calculado por,

$$Re_i = \frac{\rho v d_{cel}}{\epsilon \mu} \quad (21)$$

Regimes de escoamento com  $Re_i$  menor que 1 são considerados regimes laminares, e seguem a tendência indicada pela lei de Darcy. Para valores de  $Re_i$  entre 1 e 10 é verificada a influência dos efeitos inerciais. O comportamento turbulento é atingido para valores de  $Re_i$  maiores que 150 [Colombo, 2005; Kaviany 1999].

### 3 MATERIAIS E METODOS

Os materiais que foram utilizados neste trabalho serão descritos a seguir. Subseqüentemente, é apresentada a metodologia utilizada para realização da parte experimental, composta pela fabricação de elementos porosos através de duas técnicas distintas, seguida pela caracterização das estruturas. Inicialmente, serão apresentadas as etapas de realização do processo de colagem por barbotina e, posteriormente, serão apresentadas as etapas da rota de fabricação por biomodelagem.

#### 3.1 Materiais

##### 3.1.1 Alumina

O pó de alumina utilizado neste trabalho como matéria-prima para fabricação dos elementos porosos cerâmicos é um produto comercial (# A1000SG, Alcoa S.A.). Este material apresenta uma distribuição de tamanho de partícula onde 90% das partículas apresentam tamanhos menores que 3  $\mu\text{m}$ . A densidade deste material é de 3,91 g/cm<sup>3</sup>. A composição química apresentada pelo fabricante da Alumina A1000SG pode ser vista na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição química nominal do pó de Alumina A1000SG.

Pó de alumina	Composição química [% em massa]							
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SiO <sub>2</sub>	CaO	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Outros
A1000SG	99,8	0,06	0,02	0,03	0,03	0,03	0,02	0,01

Fonte: Especificações Técnicas do Produto Alumina A1000SG

##### 3.1.2 Mulita

O pó de mulita utilizado neste trabalho como matéria-prima para fabricação dos elementos porosos cerâmicos é um produto comercial (# 140F,

Treibacher). Este material apresenta uma distribuição de tamanho de partícula onde 70% das partículas apresentam tamanhos menores que 75  $\mu\text{m}$ . A densidade deste material é de 3,02 g/cm<sup>3</sup>. A composição química da mulita 140F pode ser vista na Tabela 3.

Tabela 3 – Composição química nominal do pó de Mulita 140F.

Pó de mulita	Composição química [% em massa]			
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O
140F	75,63	24,00	0,07	0,3

Fonte: Especificações Técnicas do Produto Mulita 140F

### 3.1.3 Carbono Ativado

O carbono ativado (# 147, Carbomafra) foi selecionado como material de sacrifício utilizado como agente formador de poros. Este material apresenta uma área superficial específica de 900 m<sup>2</sup>/g. A densidade aparente é de 0,3 g/cm<sup>3</sup>. A composição química deste material pode ser vista na Tabela 4.

Tabela 4 – Composição química nominal do carbono ativado 147.

Carbono Ativado	Composição química [% em massa]		
	C <sub>(amorfo)</sub>	Cinzas (máx)	Outros
147	95,00	4,00	1,00

Fonte: Especificações Técnicas do Produto carbono ativado 147

### 3.1.4 Aditivos Utilizados na Colagem por Barbotina

No processo de colagem por barbotina foram utilizados aditivos. À barbotina foram adicionados defloculante à base de poliacrilato de sódio (Reoman 599, Manchester), ligante polimérico à base de álcool polivinílico com 10% de concentração de sólidos em meio aquoso (VETEC), agente modificador de pH à base de hidróxido de sódio, com concentração de 1 molar em meio aquoso (VETEC).

### 3.1.5 Estruturas Vegetais

Foram selecionadas estruturas vegetais que apresentassem propriedades compatíveis com o propósito do trabalho. Estas propriedades são: porosidade aberta acima de 50% e tamanhos de poros entre 10 e 200  $\mu\text{m}$ . Os vegetais selecionados foram: ratam – *Calamus rotang*, (com dois cortes diferentes diferenciando-se pela idade do vegetal) e apuí Branco – *Ficus dusiaefolia*. Neste trabalho, os vegetais serão tratados pelo seu nome popular. O motivo para a seleção dos acima descritos foi a disponibilidade comercial.

### 3.1.6 Alumínio

O alumínio utilizado neste trabalho como matéria-prima para fabricação dos elementos porosos cerâmicos biomórficos é um produto comercial (Stanlux Flake CL 4010, Aldoro). Este material apresenta uma distribuição de tamanho de partícula onde 97% das partículas são menores que 44  $\mu\text{m}$ . A densidade aparente deste material é de 0,15  $\text{g/cm}^3$ . A composição química apresentada pelo fabricante pode ser vista na Tabela 5.

Tabela 5 – Composição química nominal do pó de alumínio - Stanlux Flake CL 4010.

Pó de alumínio	Composição química [% em massa]	
	Al	Outros
Stanlux Flake CL 4010	97,0	3,0

Fonte: Especificações Técnicas do Produto Alumínio – Stanlux Flake CL 4010.

### 3.1.7 Fluidos de Trabalho

Nitrogênio industrial (Oxilar) foi utilizado como fluido de trabalho para ensaio de determinação de permeabilidade. O fluxímetro utilizado para determinação da vazão volumétrica foi calibrado para utilização com nitrogênio.

A acetona P.A (Tedia) foi utilizada como fluido de trabalho para realização do ensaio de extrusão capilar e o carregamento dos CPL's para o teste de comportamento térmico.

## **3.2 Processamento**

### **3.2.1 Colagem por Barbotina**

As etapas de fabricação de elementos porosos de colagem por barbotina serão descritas no decorrer desta seção.

#### **3.2.1.1 *Preparação da suspensão aquosa***

A barbotina foi fabricada com 67% de sólidos, com percentual em massa de 80% de mulita e 20% de alumina. A utilização destes percentuais foi selecionada, a priori, para reduzir a retração após a sinterização (mulita) e para aumentar a resistência mecânica (alumina).

O carbono ativado foi utilizado como material de sacrifício – agente formador de poros. Este material apresenta uma oxidação com compostos simples, quantidade de cinzas inferior a 4% e alta área superficial. A quantidade de carbono ativado adicionada à barbotina foi de 10% em relação à quantidade de pó cerâmico da suspensão aquosa.

Os aditivos utilizados na produção da barbotina foram: defloculante polieletrólito (Reoman 599) e plastificante (solução aquosa de poliálcool vinílico – 10% mássica) numa proporção mássica de 0,25% e 0,45%, respectivamente, em relação à quantidade de sólidos presentes na barbotina; agente modificador de pH (hidróxido de Sódio – solução 1 molar) na quantidade de 42 gramas adicionados à barbotina com 500 g de água (pH 11).

### 3.2.1.2 *Produção dos elementos porosos cerâmicos*

Anteriormente ao processo de produção por colagem por barbotina, um molde de gesso foi desenvolvido utilizando-se uma proporção mássica de água para gesso de 4:5. A produção de elementos porosos cerâmicos através de colagem por barbotina requer a preparação de uma suspensão aquosa de pó cerâmico com um material de sacrifício que será vazada dentro do molde do gesso.

### 3.2.1.3 *Processo de moagem da barbotina*

Neste processo são necessárias duas etapas de moagem. Primeiramente foi moída a mulita, que apresenta maior distribuição de diâmetro de partículas. Então, realizou-se a adição desse pó cerâmico, do defloculante, do agente modificador de pH e da água de maneira a obter 67% de sólidos. Após a primeira etapa de moagem foram adicionados: o material cerâmico restante, o material de sacrifício e a água restante. Esta mistura é moída novamente e, nos últimos dez minutos de moagem, o agente plastificante (álcool polivinílico) foi adicionado.

Neste contexto, visando obter meios porosos com variações na distribuição do tamanho de poros, foi proposta a modificação do tempo de moagem. Para tal propósito, foram selecionados quatro parâmetros de moagem. Inicialmente, um tempo de moagem de 6 horas para a mistura contendo de mulita, com subsequente moagem de 3 horas da segunda mistura. Os grupos de moagem podem ser vistos na Tabela 6.

Tabela 6 – Grupos de moagem e seus parâmetros de moagem.

Grupo de moagem	1º Parâmetro de moagem [h]	2º Parâmetro de moagem [h]
6/3	06	03
24/12	24	12
32/16	32	16
48/24	48	24



### 3.2.1.4 *Processo de tratamento térmico*

Para a obtenção das peças finais, foi realizado o processo de colagem por barbotina e esperadas 24 horas para remoção das peças do molde de gesso. Após isso, estas peças foram secas a 70°C em estufa de circulação forçada durante 12 horas. Após secas, as peças foram submetidas ao processo de pré-sinterização, onde o carbono ativado foi removido das mesmas por reação de oxidação.

Os parâmetros do ciclo de pré-sinterização foram os seguintes: 1200°C durante 1 hora com taxa de aquecimento de 7°C/min. Este processo foi realizado em um forno de resistências elétricas metálicas da marca Linn modelo 260kk. Nesta etapa, as peças sofrem perda de massa, decorrente da remoção do material de sacrifício, aumentam sua porosidade aberta, sofrem retração devido à densificação associada à pré-sinterização e adquirem resistência mecânica suficiente para o manuseio.

Após a pré-sinterização, as peças são submetidas ao processo de sinterização, o qual confere a resistência mecânica, distribuição de poros e porosidade final às peças. Este processo tem os parâmetros de 1 hora em 1450°C com taxa de aquecimento de 12°C/min, de acordo com estudos prévios de Reimbrecht [Reimbrecht, 2005]. Este tratamento térmico foi realizado no forno de carregamento pela parte inferior (bottom loading furnace – MHI modelo H17BLE).

## 3.2.2 Replicação de Estruturas Vegetais

As etapas que compreenderam o processo biomodelagem foram: secagem das estruturas vegetais, pirólise e tratamento térmico para transformar o preformado de carbono em material biomórfico cerâmico. Estas etapas serão descritas no decorrer desta seção.

### 3.2.2.1 *Biomodelagem*

As estruturas vegetais apresentam água na sua composição. O aquecimento da estrutura para remoção da água resseca a estrutura, tornando-a

frágil. Como ao mudar de fase, a água expande-se, e dependendo da taxa de aquecimento, esta expansão promoverá tensões no material, podendo deformá-lo, foi escolhida uma taxa de aquecimento de 1,5 °C/min. Este processo foi realizado em uma estufa de circulação forçada; desta forma o aquecimento apresenta temperaturas homogêneas. Os parâmetros de ciclo adotados foram de 12 horas em 110°C.

Com as estruturas vegetais secas foi realizado um processo de pirólise resultando em um preformado de carbono. Os parâmetros adotados para esta etapa são: taxa de aquecimento de 1,5 °C/min e temperatura de patamar de 900 °C durante 2 horas em atmosfera de argônio com fluxo de aproximadamente 1 cm<sup>3</sup>/s em um forno tubular (Jung – Modelo TLX 473 206). Desta forma, toda a parte orgânica das madeiras (lenho) foi removida, permanecendo apenas o carbono. A infiltração de vapor de alumínio no preformado de carbono é realizada à 1600°C (taxa de aquecimento de 12°C/min em vácuo) durante 3 horas, entretanto, o vácuo é utilizado apenas no patamar a 1600°C, na rampa de aquecimento e de resfriamento é utilizada a atmosfera de argônio. Esta etapa é realizada em um forno tubular (MHI – modelo H18-40HT). Por fim, a sinterização e oxidação são realizadas à 1600°C (taxa de aquecimento de 12°C/min em ar) durante 3 horas em um forno câmara (MHI – modelo H18-40).

Os parâmetros para o processo de transformação foram os mesmos propostos por Rambo [2005]. O pó de alumínio foi colocado no cadinho que suporta as peças. Um invólucro de grafite foi utilizado para proteger o tubo de cerâmica da deposição de alumínio, oriundo da fase gasosa, rica em alumínio, que se forma em alta temperatura e vácuo. Este aparato pode ser visto na Figura 7.



Figura 7 – Aparato para processo de infiltração gasosa.

Após o processo de infiltração um material intermediário de carbeto de alumínio foi obtido. Logo após a infiltração, e para evitar a degradação por hidrólise do  $\text{Al}_4\text{C}_3$ , as estruturas foram levadas para o forno para realização da oxidação e sinterização.

As etapas do processo de replicação podem ser vista no esquema mostrado na Figura 8.

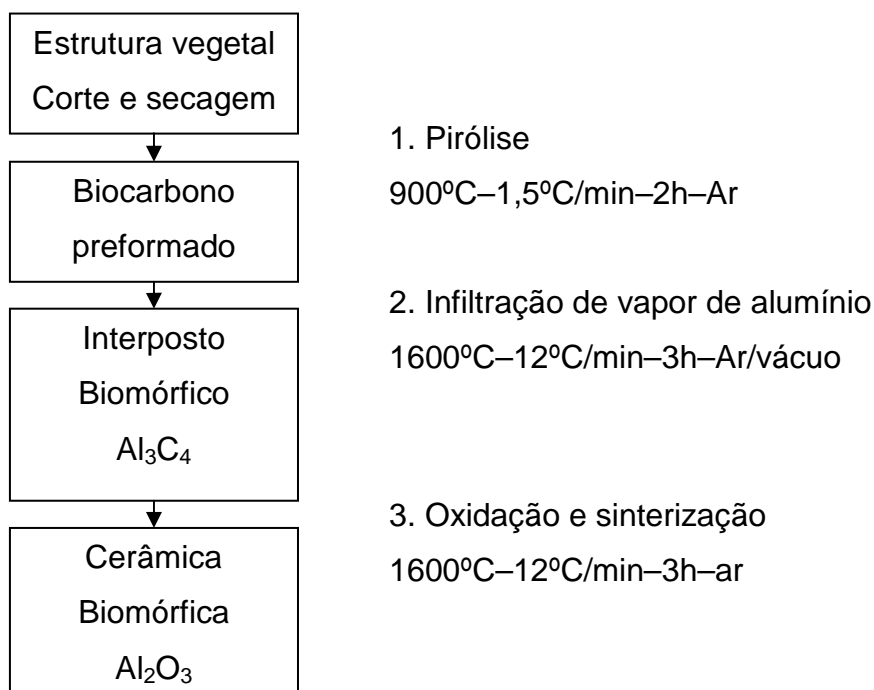


Figura 8 – Esquema do processo de biomodelagem.

### 3.3 Determinação de Propriedades Físicas

Um esquema das técnicas utilizadas para a caracterização assim como os parâmetros determinados por cada técnica pode ser visto na Figura 9.

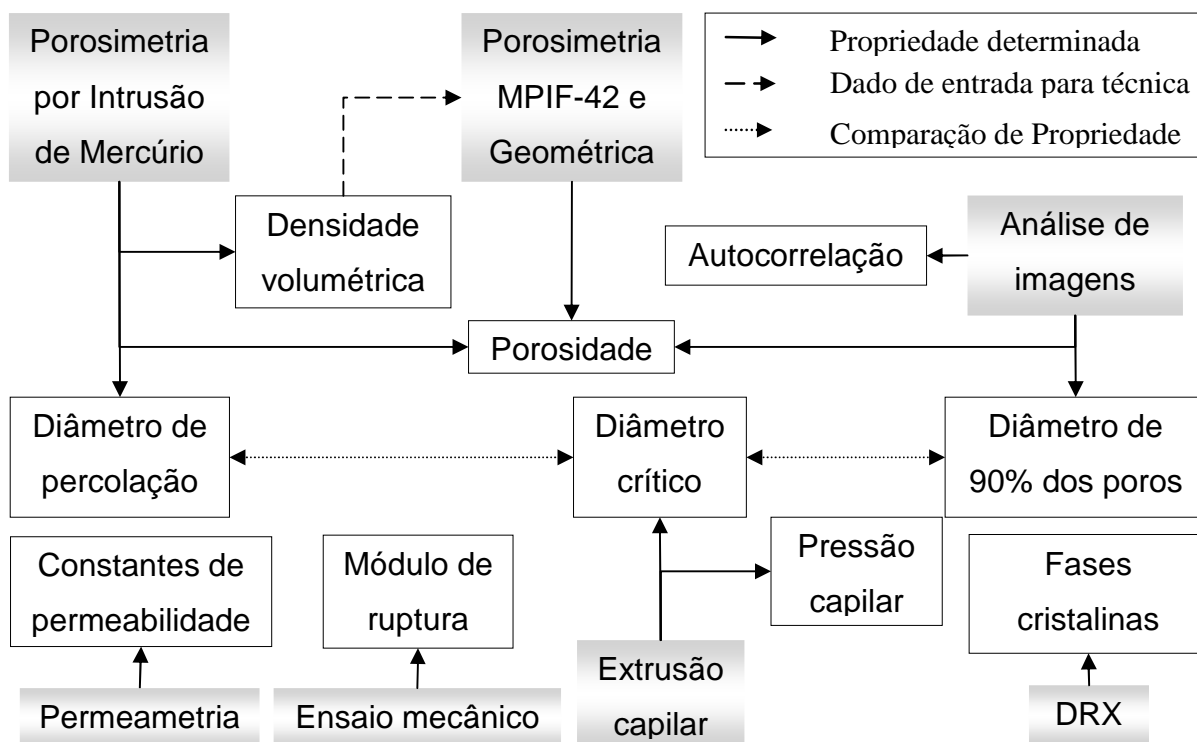


Figura 9 – Técnicas e propriedades determinadas neste trabalho.

Nesta figura, as caixas de texto com fundo colorido representam as técnicas de caracterização e as caixas de texto representam as propriedades determinadas. A densidade volumétrica obtida por PIM serve como dado de entrada para as técnicas de determinação de densidade geométrica e por Arquimedes. Os diâmetros de poros determinados pelas diversas técnicas serão comparados entre si.

#### 3.3.1 Determinação de Fases Cristalográficas Presentes

Foi realizada a difratometria de Raios-x para a determinação das fases cristalográficas presentes nos meios poros, com propriedades finais. Estes ensaios foram realizados em um difratômetro de raios-x modelo Phillips X'pert (PW 3710),

utilizando um tubo de cobre (radiação  $\text{CuK}\alpha$ ), com potencial de 40kV e corrente de 30 mA. As condições de ensaio utilizadas foram: passo de  $0,05^\circ$ , tempo de passo 1 s com intervalo de leitura de  $2\theta$  de  $0^\circ$  a  $118^\circ$ .

### 3.3.2 Determinação de Porosidade e Distribuição de Tamanho de Poros

A porosidade e a distribuição de tamanho de poros de corpos sólidos podem ser medidas de diversas formas. Neste trabalho foram adotadas as seguintes formas: princípio de Arquimedes, método geométrico, porosimetria por intrusão de mercúrio e análise de imagens.

#### 3.3.2.1 *Princípio de Arquimedes*

O procedimento experimental desta técnica é normalizado pela MPIF-42 [MPIF-42,1992]. Para a determinação das massas necessárias para este ensaio foi utilizado um kit de determinação de densidade aparente Sartorius. Esta técnica foi aplicada nas peças com propriedades finais, ou seja, após o processo de tratamento térmico de sinterização. A porosidade total,  $\varepsilon$ , foi obtida por

$$\varepsilon = \left(1 - \left[\rho_a / \rho_{vol}\right]\right) \times 100\% \quad (22)$$

Onde,  $\rho_a$  é a densidade aparente da amostra e  $\rho_{vol}$  é a densidade da parte sólida da amostra obtida pela técnica de porosimetria por intrusão de mercúrio.

Para as estruturas obtidas por colagem por barbotina a apresentação de resultados foi dividida de acordo com os grupos de moagem (6/3, 24/12, 32/16 e 48/24) e para a biomodelagem, por vegetal utilizado para obtenção do preformado (ratam, ratam jovem e apuí).

### 3.3.2.2 *Densidade aparente e porosidade geométrica*

Nos meios porosos cerâmicos de colagem por barbotina e biomodelagem, a determinação de porosidade geométrica também foi realizada. Esta caracterização consiste em medir as dimensões da peça, para obter o volume, determinar o peso da peças e, a partir destes dados, calcular a densidade aparente. As dimensões das peças foram obtidas com um paquímetro (Mitutoyo – 530-104BR com resolução de 0,05 mm) e, o peso determinado em uma balança (Kern – EW220 – 3NM com resolução de 1 mg). A porosidade foi calculada através da equação (22).

### 3.3.2.3 *Porosimetria por intrusão de mercúrio*

Na porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM), um fluido não-molhante penetra na estrutura porosa. Este fenômeno é fundamentado na lei de Young-Laplace, pela qual é necessária a aplicação de pressão positiva para a penetração do fluido não-molhante na estrutura. A pressão ( $P_{pim}$ ) é proporcional ao diâmetro do poro ( $d_{perc}$ ), à tensão superficial ( $\sigma$ ) e ao ângulo de contato entre o sólido e o fluido ( $\theta$ ). [CUNHA NETO, 92 apud Reimbrecht, 2000]. Este fenômeno é representado pela equação de Washburn,

$$d_{perc} = - \frac{4\sigma \cos\theta}{P_{pim}} \quad (23)$$

Para determinar o  $d_{perc}$ , foi utilizado um porosímetro (Micrometrics Pore Sizer 9320) capaz de determinar poros no intervalo de tamanho de 0,006 a 360  $\mu m$  com precisão de  $\pm 0,1\%$ . O  $d_{perc}$  é o diâmetro correspondente à pressão na qual a amostra é preenchida de fluido. O ensaio foi realizado em uma amostra de cada grupo de moagem, totalizando quatro ensaios. As amostras biomórficas não foram submetidas a este ensaio, pois a pressão utilizada comprometeria a integridade estrutural das amostras, e comprometeria os resultados de distribuição de tamanho de poros.

### 3.3.3 Extrusão Capilar

A determinação de pressão capilar e cálculo de diâmetro crítico foram realizados através do ensaio de extrusão capilar. Este ensaio foi realizado com um aparato similar ao utilizado para a determinação de permeabilidade, com as devidas modificações realizadas para obter os valores de diâmetro crítico de poros. A Figura 10 mostra o aparato utilizado no ensaio de extrusão capilar.



Figura 10 – Aparato utilizado no ensaio de extrusão capilar.

Este aparato contém uma válvula de controle de fluxo, que ao ser aberta aumenta a pressão de gás na entrada do sistema. Esta válvula conecta o cilindro de nitrogênio ao ambiente de entrada do sistema e a pressão foi determinada por um transdutor de pressão (Omega PX137-015AV, 1bar).

A câmara de ensaio é composta dois ambientes divididos pelo elemento poroso o qual se deseja determinar o diâmetro crítico de poros. No ambiente abaixo do elemento poroso (entrada do sistema) o fluido presente é o nitrogênio, no ambiente acima do elemento poroso (saída do sistema) o fluido presente é a acetona (fluido de trabalho). No ambiente que contém a acetona existe uma campânula de vidro que auxilia a acompanhar a nucleação de bolhas no ensaio e este ambiente ainda tem uma saída de ar para que a pressão seja igualada à ambiente.

Neste aparato foi possível verificar o momento de nucleação da bolha no ensaio. Desta forma, eliminaram-se problemas de montagem do porta-amostra, onde a nucleação de bolhas nos sistemas de vedação (anéis de vedação *o'ring*) mascaravam o valor do diâmetro crítico de poros.

A seguinte metodologia foi empregada no ensaio, no primeiro instante o elemento poroso é saturado com acetona. Após isso, a válvula é aberta e a pressão de nitrogênio aumenta gradativamente. Verificando-se a existência de bolhas no elemento poroso, determina-se a pressão. Com esta pressão é possível calcular o  $d_c$ , diâmetro crítico, pela equação (24).

$$d_c = \frac{4\sigma \cos\theta}{P_g - \rho gh} \quad (24)$$

Onde,  $P_g$  é a pressão aplicada na linha de gás;  $g$  é a aceleração da gravidade ( $9,81 \text{ m}^2/\text{s}$ );  $h$  é a diferença de altura de coluna de acetona;  $\theta$  é o ângulo de contato da acetona com o sólido,  $\rho$  é a densidade da acetona ( $788 \text{ kg/m}^3$ ); e  $\sigma$  é a tensão superficial da acetona ( $2,25 \cdot 10^{-2} \text{ N/m}$ ) [Peterson, 1994].

### 3.3.4 Permeametria Gasosa

A medição da perda de carga de um gás, gerada pelo seu escoamento através de uma estrutura porosa, foi realizada para determinação da permeabilidade. Este procedimento foi realizado em quatro amostras de cada grupo de moagem, totalizando dezesseis determinações.

Para tal, um porta-amostra foi disposto entre dois ambientes para que um fluido escoasse através da amostra. A área da estrutura a qual o fluido foi submetido ao atravessar a amostra é determinado pela dimensão da abertura do porta-amostra, esta dimensão é de 28 milímetros. A parte inferior do aparato experimental pode ser visto na Figura 11.



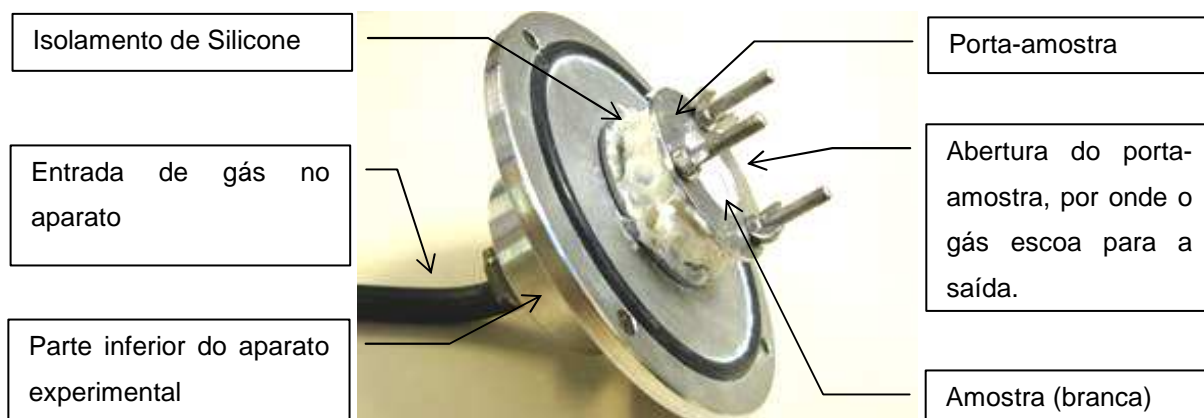


Figura 11 – Porta-amostra e parte inferior do aparato para determinação de permeabilidade.

O isolamento destes ambientes é feito pelo silicone aplicado ao redor da amostra (já acoplada ao porta-amostra). Os resultados foram obtidos em temperatura ambiente (entre 22 e 27°C). Um transdutor de pressão (Omega PX137-015AV, 1bar) foi utilizado para determinação da pressão e um fluxímetro (Omega FMA-1720 – calibrado) foi utilizado para determinação da vazão do fluido. O aparato para a determinação de permeabilidade pode ser visto na Figura 12.

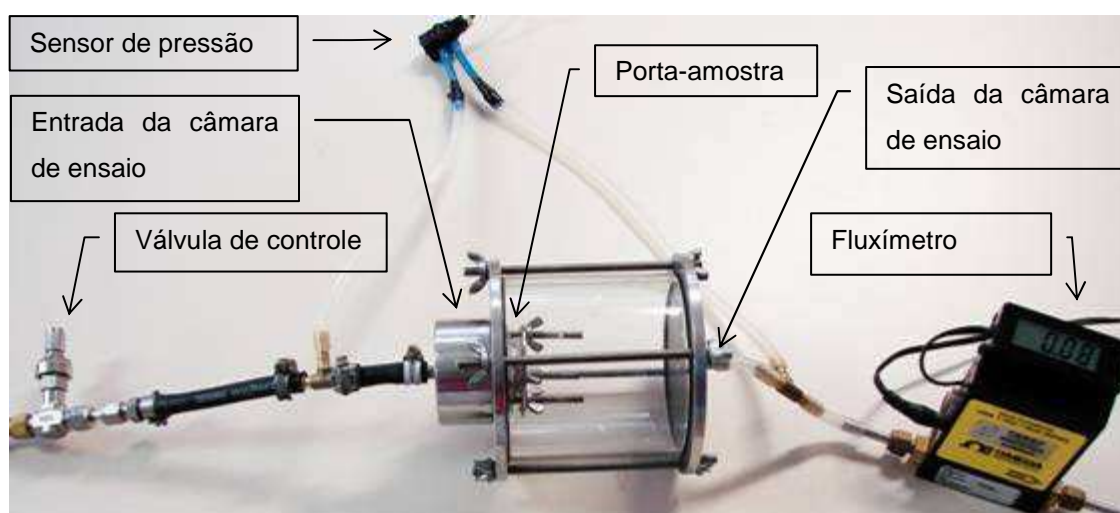


Figura 12 – Aparato experimental montado para determinação de permeabilidade.

Para a determinação das constantes de permeabilidade ( $k_1$  e  $k_2$ ) foi utilizada a equação de Forchheimer para gases compressíveis (equação (10)) onde  $\mu$  é a viscosidade do nitrogênio ( $1,759 \cdot 10^{-5}$  Pa.s),  $\rho$  é a densidade do nitrogênio ( $1,13 \text{ kg/m}^3$ ). Para isso foi realizado ajuste de uma curva parabólica que passa pela

origem em um gráfico de  $\Delta P/L \times v$ . A velocidade foi determinada de acordo com a equação (5).

No procedimento experimental, abriu-se a válvula de controle de fluxo, aguardou-se a estabilização da pressão determinada pelo sensor de pressão e então foi determinada a vazão volumétrica através do fluxímetro (ver Figura 12).

### 3.3.5 Cálculo de Velocidade do Fluido no Elemento Poroso

Cálculos de transferência de calor foram empregados com a finalidade de se determinar a velocidade do líquido no meio poroso. Com o dado de velocidade do líquido no interior do elemento poroso montado no CPL foi possível estimar o valor de  $Re_i$ .

Neste contexto, uma condição típica de funcionamento de um CPL foi proposta para a determinação de  $Re_i$ . A potência,  $\dot{Q}$ , foi variada no intervalo entre 10 e 150 W de potência no evaporador, com a temperatura do reservatório a 60°C, e acetona com líquido de trabalho, cujo calor latente de fusão,  $h_{lv}$ , é de 517 kJ/kg, a viscosidade  $\mu$  é de 0,226 mPa.s e a densidade  $\rho$  é de 744 kg/m<sup>3</sup>. O diâmetro do elemento poroso foi de 36 mm, com 55% de porosidade e  $d_c$  variando de 1,1 a 4,0  $\mu$ m. Desta forma, foi utilizada a equação (25) para determinação da vazão mássica.

$$\dot{m} = \frac{\dot{Q}}{h_{lv}} \quad (25)$$

Onde,  $\dot{m}$  é a vazão de mássica. A partir desta é possível determinar a velocidade,  $v$ , no meio poroso através de,

$$v = \frac{\dot{m}}{\rho A} \quad (26)$$

Onde,  $A$  é a área de escoamento do elemento poroso. A velocidade em função da potência aplicada no CPL é então dada por,

$$v = \frac{\dot{Q}}{\rho A h_{lv}} \quad (27)$$

Substituída esta velocidade na equação (21) é possível obter um  $Re_i$  em função da potência aplicada no sistema de bombeamento capilar, de acordo com,

$$Re_i = \frac{\dot{Q} d_c}{\mu A \epsilon h_{vl}} \quad (28)$$

### 3.3.6 Análise de Imagens

Uma forma indireta de determinação de parâmetros estruturais é a análise de imagens. As imagens foram obtidas no microscópio eletrônico de varredura, MEV do Laboratório de Caracterização Microestrutural – LCM/UFSC. A imagem fornecida pelo MEV (XL-30, Philips) é o resultado da interação da irradiação de um fino feixe de elétrons com a superfície do material.

Através da técnica de análise digital de imagens é possível determinar as seguintes características: porosidade, função de autocorrelação, distribuição de tamanho de poros, além de se poder realizar a reconstrução 3D com propriedades semelhantes às das imagens, e a simulação da permeabilidade do sistema 3-D.

Para tal, é necessária a preparação metalográfica das amostras. Isso foi realizado através de um corte transversal das amostras e posterior embutimento à vácuo com resina (EpoFix®, Sultrade) capaz de preencher os espaços vazios. Para a análise digital de imagens foi utilizado o modo de detecção elétrons retroespalhados – ERE. Este modo fornece imagens com contraste de número atômico dos elementos presentes. Cinco imagens de cada uma das amostras dos grupos de moagem foram coletadas.

Para a análise topográfica, imagens de superfície de fratura das amostras foram coletadas. Nesta análise, a forma de detecção elétrons secundários – ES – foi utilizada, pois fornece imagens com características tridimensionais.

A seção a seguir mostra detalhadamente como foram realizadas as análises utilizadas neste trabalho.

### 3.3.6.1 Porosidade por análise de imagens

As imagens foram binarizadas de modo a definir os pontos brancos das imagens como espaços vazios da estrutura. Isso se faz necessário, pois o software IMAGO<sup>®</sup>, utilizado sob concessão de licença da empresa ESSS, considera os pontos brancos para a determinação das propriedades da imagem. A porosidade é calculada pela equação (29).

$$\varepsilon = \frac{fr_{vaz}}{fr_{vaz} + fr_{sol}} \quad (29)$$

Onde,  $fr_{vaz}$  é a fração espacial de vazios, representada pela área branca da amostra, e  $fr_{sol}$  representa a fração espacial. A porosidade foi utilizada posteriormente como parâmetro de reconstrução. Para realização deste ensaio foram utilizadas e imagens de cada amostra.

### 3.3.6.2 Determinação de função de autocorrelação

A função de autocorrelação a dois pontos pode ser determinada dividindo a imagem ao meio, sobrepondo uma sobre a outra e deslocando a imagem em múltiplos do *pixel* da imagem. Após isso, foi determinada a frequência de resultados relacionados à intercessão de dois pontos pertencentes à mesma fase pertencentes à fase em análise. A equação (30) mostra como isso é determinado matematicamente.

$$C_r(u) = \langle Z_r(i,j) Z_r(i+u,j) \rangle \quad (30)$$

Onde, os símbolos  $\langle \rangle$  correspondem à operação matemática média estatística,  $Z_r(i,j)$  corresponde a fase em consideração e  $Z_r(i+u,j)$  a fase em consideração com deslocamento arbitrário “u” no plano da imagem [Fernandes et al., 1996].

Os valores estatísticos da curva de autocorrelação variam de  $\epsilon$ , para deslocamento nulo e tendem  $\epsilon^2$  para grandes deslocamentos.

### 3.3.6.3 *Determinação da distribuição do tamanho de poros*

A distribuição de tamanho de poros foi determinada através da modelagem matemática baseada na teoria dos conjuntos. Nesta teoria, utiliza-se um objeto de tamanho e forma conhecidos, chamando de objeto estruturante, que é comparado com os objetos contidos na imagem. A distribuição de tamanho de poros e partículas é determinada pela equação (31).

$$F(r) = \frac{\epsilon - \epsilon(r)}{\epsilon} \quad (31)$$

Onde,  $\epsilon(r)$  é a fração de volume da fase poro após as operações de erosão e dilatação com um elemento estruturante de raio  $r$  [Daian et al., 2004].

### 3.3.6.4 *Reconstrução 3-D*

Utilizando-se do método de reconstrução gaussiana truncada, foi criado um sistema 3-D de tal maneira que as seções planas deste sistema conservassem os parâmetros geométricos medidos nas imagens 2-D do material. A gaussiana truncada é um método adequado para reconstrução de estruturas que apresentem pequenos alcances de autocorrelação [Fernandes, 1994].

### 3.3.6.5 *Simulação de permeabilidade*

Após a reconstrução do sistema 3-D foi realizada uma predição da permeabilidade baseado em métodos de Lattice Gas Automata (LGA). Método que realiza cálculos hidrodinâmicos. A forma de determinação consiste de dois elementos que variam sua posição em um tempo discreto, processo chamado de

propagação. Após este processo, cada elemento interage com o outro, num processo chamado colisão. Nesta modelagem, o número de partículas e momento de cada elemento é preservado [Philippi et al., 2000]. Esta simulação apresenta como resultado a apenas a constante de permeabilidade darciana,  $k_1$ .

### 3.3.7 Ensaio Mecânico de Compressão

Os ensaios mecânicos foram realizados no Núcleo de Pesquisa em Materiais Cerâmicos e Vidros – CERMAT / UFSC, em uma máquina de ensaios universal - EMIC, com uma célula de carga de 200kN e sensibilidade de 10N.

Para a realização deste ensaio, os corpos de prova foram submetidos à tensão de compressão até a ruptura. Os corpos de prova são os mesmo utilizados para a realização do ensaio de permeabilidade, ou seja, cilindros de 36 mm de diâmetro por 10 mm de altura. A taxa de deformação utilizada foi de 1 mm/min.

A equação (32) apresenta o modelo matemático para estimativa de tensão de ruptura baseado na teoria de Área Sólida Mínima (ASM) para uma predição do comportamento mecânico em materiais porosos [Rice et al.1996 apud Yoshimura, 2005].

$$\sigma_{comp} = \sigma_0 \exp(-b\varepsilon) \quad (32)$$

Onde,  $\sigma_0$  é a resistência à compressão do material livre de porosidade e  $b$  é o termo relacionado com o tipo da geometria do poro definida pelo empacotamento da estrutura sólida.

Para obtenção de um valor de  $\sigma_0$ , foi realizada a média ponderada da tensão de ruptura à compressão com a quantidade, em massa, de cada componente de pó cerâmico contido na mistura (80% mulita mais 20% alumina), o que resultou em um  $\sigma_0$  de 1040 MPa. Os valores de  $\sigma_0$  de cada material foram retirados da literatura [webmineral, 2008].

Esta modelagem considera estruturas compostas de partículas com empacotamentos conhecidos e, é capaz de associar o tipo de material utilizado pelo módulo ruptura,  $\sigma_0$ , e o tipo de empacotamento que esta estrutura apresenta, pelo valor da constante  $b$  [Rice et al.1996 apud Yoshimura, 2005].

### 3.4 Ensaio de Comportamento Térmico dos CPL's

Dois evaporadores capilares com as estruturas porosas cerâmicas fabricadas neste trabalho foram montados em dois circuitos de bombas capilares para verificação do comportamento térmico. Os sistemas foram carregados com acetona como fluido de trabalho. Os sistemas foram instrumentados com termopares tipo T. Na Figura 13 o CPL montado com a estrutura porosa de colagem por barbotina e os pontos onde os termopares foram posicionados são apresentados.

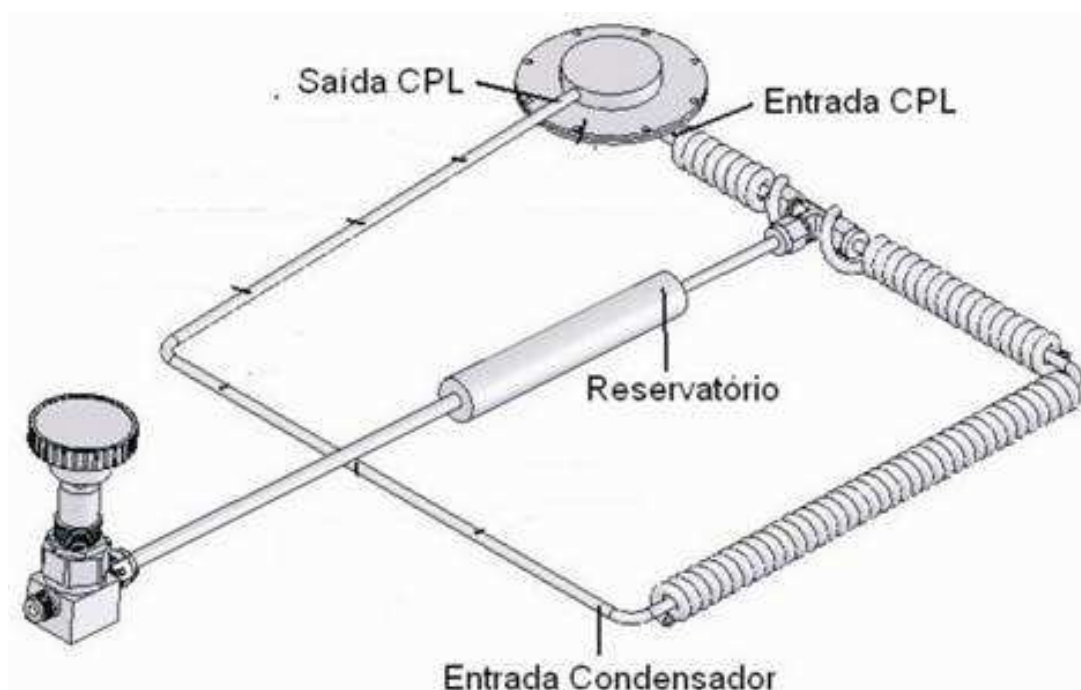


Figura 13 – Esquema do posicionamento de termopares para CPL com estrutura capilar obtida a partir da colagem por barbotina.

A estrutura porosa utilizada neste foi do grupo 6/3, pois, esta apresentou o menor limite capilar determinado por extrusão capilar.

Na Figura 14 o CPL, com a estrutura porosa biomórfica, e a localização dos termopares são apresentados.

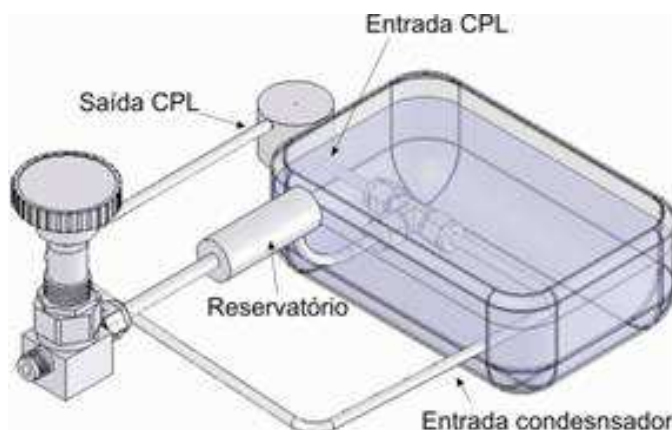


Figura 14 – Esquema do posicionamento de termopares para CPL com estrutura capilar obtida a partir da biomodelagem.

A estrutura porosa utilizada neste foi o ratam, pois, esta apresentou o menor limite capilar determinado por extrusão capilar.

O ensaio de comportamento térmico consiste em fixar a temperatura do reservatório e do condensador em temperaturas pré-estabelecidas, aplicar sobre o evaporador uma quantidade de calor e verificar o comportamento do sistema. O resultado esperado é a estabilização da temperatura da saída da bomba em valores similares à temperatura do reservatório.

As temperaturas de reservatório e condensador para ambos CPL's foram as mesmas, 60°C e 25°C respectivamente e, as potências aplicadas aos evaporadores iniciaram de 10W e foi aumentado em intervalos de 10W, os gráficos apresentados neste trabalho são à máxima potência que o CPL suportou sem que as temperaturas de saída da bomba aumentasse demasiadamente, ou seja, 20W para o CPL de elemento poroso obtido por colagem por barbotina e 40 W para o CPL com estrutura porosa biomórfica.

As Figura 13 e Figura 14 não estão em escala real, porém, as dimensões são proporcionais entre si. O primeiro citado apresenta o diâmetro do evaporador de 36 milímetros e o segundo apresentado tem diâmetro de 15 milímetros.



## **4 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Nesta seção, serão apresentados os resultados referentes à caracterização das estruturas porosas cerâmicas. Primeiramente, serão apresentados os resultados referentes ao processo de fabricação de colagem por barbotina e, posteriormente, serão apresentados os resultados referentes ao processo de biomodelagem. Findando este trabalho, serão apresentados os ensaios de comportamento térmico dos CPL's montados com as estruturas porosas fabricadas e caracterizados neste trabalho.

### **4.1 Colagem por Barbotina**

A caracterização das estruturas porosas cerâmicas de colagem por barbotina serão apresentadas nesta seção para determinação de propriedades morfológicas, microestruturais e físico-químicas.

#### **4.1.1 Determinação de Fases Cristalográficas Presentes**

Os parâmetros de sinterização foram os mesmos, para todas as amostras, a diferença entre elas é o tamanho de partículas que geraram as estruturas. Por este motivo, as amostras dos grupos de moagem 6/3 e 48/24 foram selecionadas para a realização deste ensaio para verificar a existência de diferentes fases presentes dentre os grupos de moagem. A motivação para utilização destes dois grupos é a diferença no tamanho de partícula que forma a estrutura, em que o grupo 6/3 apresenta partículas maiores que as apresentadas pelo grupo 48/24. A Figura 15 apresenta os difratogramas de raios-x das amostras dos grupos de moagem 6/3 e 48/24.

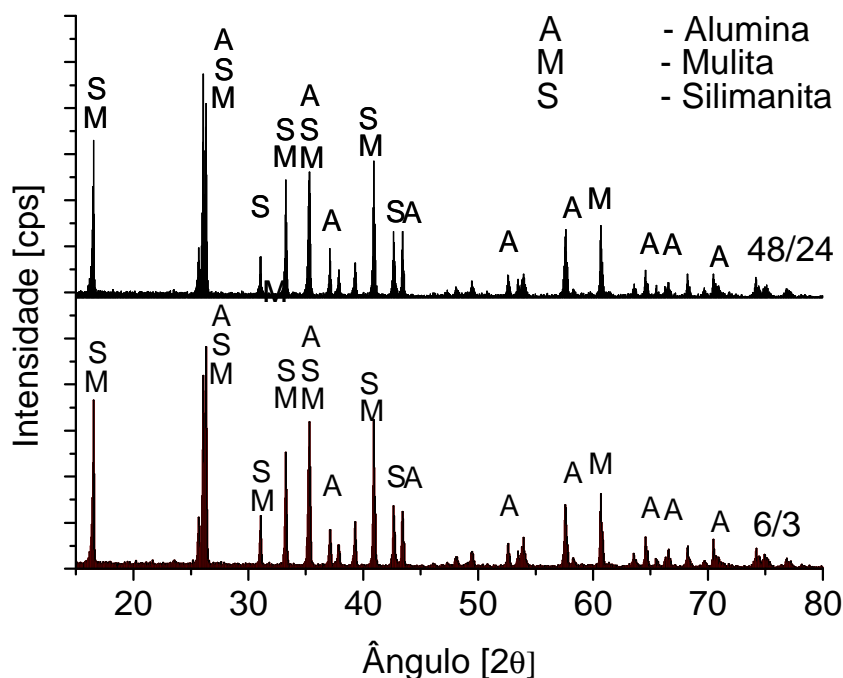


Figura 15 – Espectros de raios-x das amostras dos grupos de moagem 6/3 e 48/24.

Pela Figura 15, verifica-se que os difratogramas das amostras apresentam picos muito similares. Isso indica que os grupos de moagem apresentam as mesmas fases, mesmo com a modificação da reatividade das partículas devida à diferença nos tamanhos das partículas.

Analisando os difratogramas, verificou-se a presença das matérias-primas utilizadas (mulita e alumina) e identificadas pelos espectros com as letras “M” e “A”, respectivamente. Estas fases foram identificadas através das fichas JCPDS 10-0173 e JCPDS 15-0776, respectivamente. O pico posicionado no ângulo de 42,7°, é referente a um dos picos da fase silimanita, identificada através da ficha JCPDS 22-0018. No processo de obtenção da mulita pela fusão de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e alumina pode ocorrer formação de silimanita, e esta fase pode permanecer em algumas quantidades [Schneider et al., 2008].

#### 4.1.2 Caracterização Microestrutural

Na Figura 16 as microestruturas típicas das amostras de todos os grupos de moagem podem ser observadas. Estas imagens foram obtidas por MEV com a superfície de fratura de quatro amostras, cada uma selecionada de um grupo de

moagem distinto. No canto superior esquerdo de cada imagem está indicado qual grupo de moagem deu origem àquela micrografia.

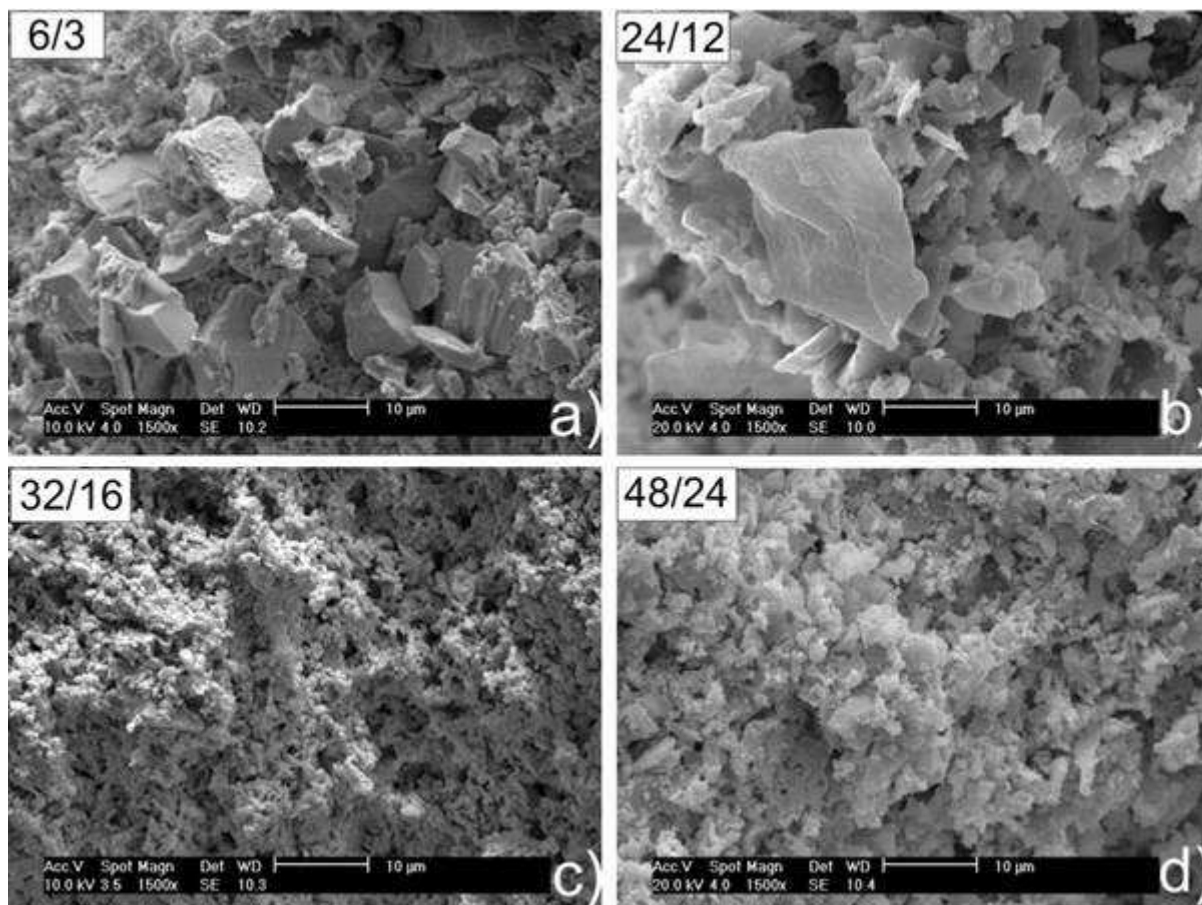


Figura 16 – Micrografia de fratura de acordo com cada grupo de moagem.

Por estas microestruturas de fratura verifica-se a disposição das partículas pela amostra. Na Figura 16 (a), as partículas que deram origem à esta estrutura apresentam tamanho de aproximadamente 10 µm. Nesta figura, é visível a formação de uma microestrutura com partículas de mesmo tamanho, o que pode ser explicado pelo pequeno tempo de moagem em relação aos outros grupos.

Na Figura 16 (b), apesar da existência de uma partícula com aproximadamente 20 µm, esta microestrutura é caracterizada por partículas menores, com aproximadamente 5 µm. Este fato é oriundo de um maior tempo de moagem, onde as partículas são cominuídas. Nota-se também a ocorrência de arestas nos cristais, isso mostra que a cominuição das partículas ocorre pela fratura das mesmas e, no processo de sinterização não ocorreu formação de fase líquida.

Tal fato é interessante à aplicação desejada, pois não produz intensa densificação à estrutura.

Na Figura 16 (c) e (d), verifica-se que os grãos que compõem a microestrutura possuem tamanhos sub-micrométricos e cada grupo de moagem apresenta grãos de tamanhos muito similares. Entretanto, no grupo de moagem 32/16 a microestrutura apresenta grãos com tamanho menores que os grãos da microestrutura do grupo de moagem 48/24.

#### 4.1.3 Porosidade e Porosimetria

A porosidade e distribuição de tamanho de poros dos meios porosos serão apresentadas na próxima seção.

##### 4.1.3.1 *Porosidade geométrica e por princípio de Arquimedes*

Na Tabela 7 as porosidades obtidas por princípio de Arquimedes e geométrica são apresentadas.

Tabela 7 – Porosidade por princípio de Arquimedes e geométrica.

Grupo de moagem	6/3	24/12	32/16	48/24
Porosidade por Arquimedes [%]	58,4 $\pm$ 0.5	48,4 $\pm$ 0.3	54,2 $\pm$ 0.3	55,7 $\pm$ 0.25
Porosidade geométrica [%]	61,5 $\pm$ 0.9	51,7 $\pm$ 2	56,5 $\pm$ 0.6	57,4 $\pm$ 0.6

Os grupos de moagem apresentam porosidades homogêneas vista os desvios padrões apresentados por eles (valores da ordem de 0,5 para princípio de Arquimedes). Para estes ensaios foram utilizadas cinco peças de cada grupo. Todas estas estruturas apresentam a porosidade dentro do intervalo de utilização para sistemas de bombeamento capilar. Tanto na porosidade por princípio de Arquimedes quanto na porosidade geométrica é possível verificar-se a mesma variação em relação à variação do tempo de moagem.

O valor da porosidade geométrica apresenta um desvio padrão maior. Isso ocorre quando os corpos de prova não apresentam uma geometria

perfeitamente definida, seja pela variação diametral da peça, a não planicidade ou a falta de paralelismo entre as duas faces planas do meio poroso. A porosidade determinada geometricamente é menos precisa que a determinada por princípio de Arquimedes. Estes fatores, ou uma associação deles, podem ter causado a diferença do valor do desvio padrão do grupo de moagem 24/12.

#### 4.1.3.2 *Porosimetria por intrusão de mercúrio*

Com a técnica PIM, além de determinar-se a porosidade total para comparação com as outras técnicas de caracterização, a densidade do esqueleto de cada grupo de moagem é determinada. Esta propriedade foi utilizada como densidade da fração sólida do meio poroso para o cálculo da porosidade total. Isso pode ser assumido, pois, a porosidade é maior que 20% então, é muito provável que toda a porosidade seja intercomunicante. Os diâmetros de percolação dos meios porosos também são determinados pela PIM. Esta última propriedade será comparada como diâmetro crítico da estrutura,  $d_c$ , (determinado pelo ensaio de extrusão capilar) e com o diâmetro de 90% dos poros,  $d_{90}$  (determinado por análise de imagem).

A Figura 17 apresenta as curvas de intrusão de mercúrio nas amostras de cada grupo de moagem.

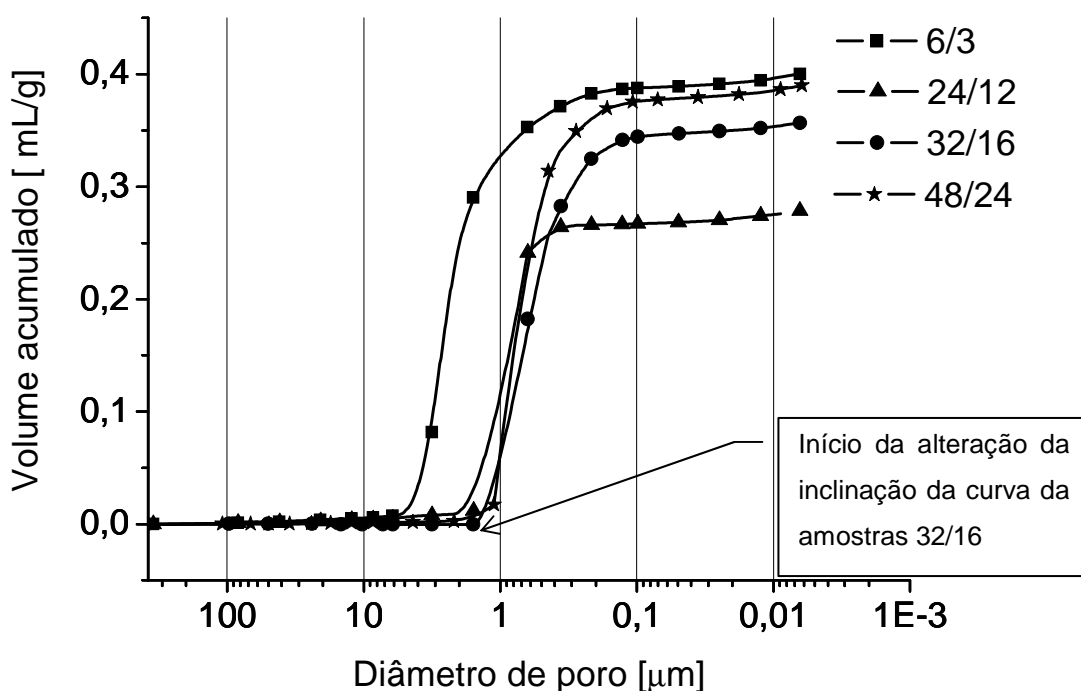


Figura 17 – Intrusão de mercúrio.

O valor do  $d_{perc}$  é determinado pelo valor das abscissas correspondente ao início da modificação da inclinação da curva, o que corresponderia ao rompimento do menisco de um líquido molhante. Como o volume da câmara de ensaio é conhecido, a porosidade, a densidade aparente e volumétrica podem ser determinadas pelo conhecimento do peso das amostras. Estas propriedades podem ser vistas na Tabela 8.

Tabela 8 – Resultados da técnica PIM.

Amostra	$d_{perc}$ [ $\mu m$ ]	$\rho_{vol}$ [ $g/cm^3$ ]	$\rho_a$ [ $g/cm^3$ ]	Porosidade [%]
6/3	4,0	3,35	1,43	57,3
24/12	1,6	3,39	1,74	48,7
32/16	1,1	3,35	1,52	54,5
48/24	1,3	3,28	1,44	56,1

Pelos valores de  $d_{perc}$  é possível verificar a redução gradativa do tamanho de poros com o aumento de moagem. Os valores de porosidade determinados pela PIM apresentam valores e comportamentos similares aos valores determinados por princípio de Arquimedes e geometricamente.

#### 4.1.4 Extrusão Capilar

Uma das principais características dos CPL's é a separação da zona de evaporação da zona de condensação. Para isso é necessária a movimentação do fluido no interior das tubulações. Esta movimentação, associada ao escoamento do fluido no interior do meio poroso, é responsável pela maior ocorrência de perda de carga no ciclo de funcionamento dos sistemas de bombeamento capilar [Peterson, 1994].

A máxima pressão capilar (limite capilar) gerada pela estrutura porosa está indiretamente ligada à capacidade de transporte de calor do CPL. Durante o funcionamento do CPL, caso o limite capilar seja excedido (pela somatória de perdas de carga do sistema), o colapso do funcionamento do sistema ocorrerá. Nesta situação, o vapor invade a linha de líquido, cessando a movimentação do fluido e, conseqüentemente, o transporte de calor.

Por isso, a pressão capilar limite é uma propriedade importante a ser determinada. Com a pressão capilar limite é possível calcular o diâmetro crítico,  $d_c$ , das estruturas através da equação (1). A pressão capilar limite determinada de acordo com cada grupo de moagem pode ser vista na Tabela 9. A pressão capilar teórica foi calculada com o  $d_{perc}$  determinado pela técnica PIM.

Tabela 9 – Pressão capilar teórica e medida, e diâmetro crítico.

Grupo de moagem	6/3	24/12	32/16	48/24
Propriedade				
Pressão capilar (teórica PIM) [kPa]	22,5	56,3	81,8	69,2
Pressão capilar (determinada) [kPa]	21,7	54,2	80,6	55,8
Diâmetro crítico ( $d_c$ ) [ $\mu\text{m}$ ]	4,0	1,7	1,1	1,6

As pressões capilares das estruturas dos grupos de moagem 24/12 e 48/24 são muito próximas uma da outra. Uma explicação para isso é encontrada no empacotamento das partículas que deram origem a estas estruturas. As partículas que deram origem a estas estruturas são diferentes, na 24/12 existem partículas pequenas adjacentes a partículas grandes. Na 48/24 existem apenas pequenas

partículas. Nestes dois casos, a associação de diferentes tamanhos de partículas pode ocasionar um empacotamento que desenvolva tamanhos de poros similares.

A pressão capilar teórica foi calculada com o  $d_{perc}$  determinado pela técnica PIM. Observou-se que os valores de  $d_{perc}$  e  $d_c$  apresentam valores muito similares. Entretanto o valor obtido por PIM são obtidos por uma extrapolação das curvas de distribuição de tamanho de poros, o que gera erros de interpretação. Desta forma, o valor obtido por extrusão capilar, é mais confiável, pois determina a pressão onde ocorre a nucleação da primeira bolha.

#### 4.1.5 Permeametria Gasosa

Na Figura 18,  $\Delta P/L$  em função da  $v$  de uma amostra típica de cada grupo de moagem é apresentado.

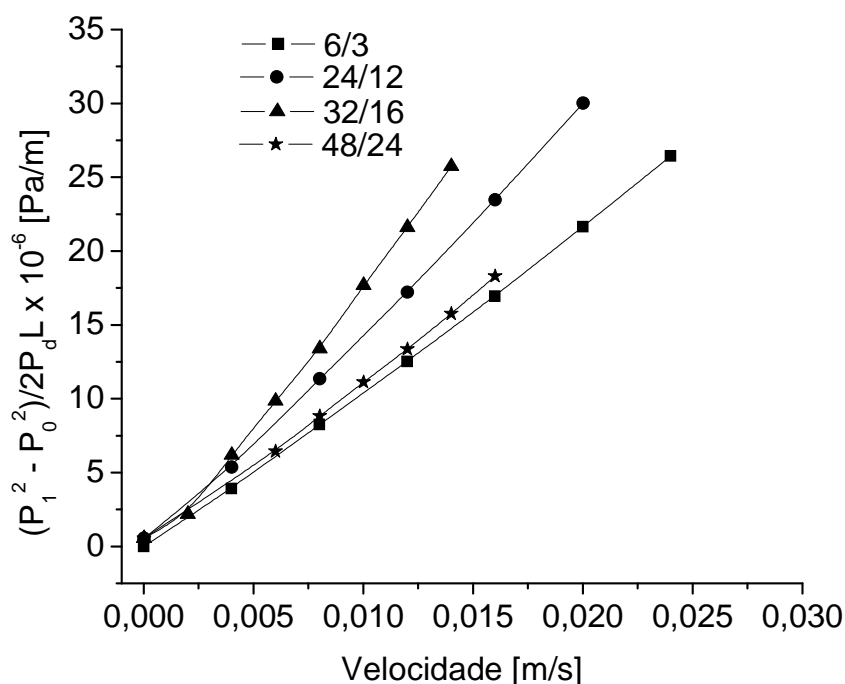


Figura 18 – Perda de carga em função da velocidade do fluido por grupo de moagem.

Verifica-se que a perda de carga dos meios porosos, como um todo, é da mesma ordem de grandeza. O grupo de moagem 6/3 é o que apresenta menor perda de carga para uma mesma velocidade de escoamento do fluido em relação



aos outros grupos. Isso pode ser explicado pela sua porosidade de 58% e pelo seu  $d_c$  de 4,0  $\mu\text{m}$ , que são, respectivamente, a maior porosidade e o maior  $d_c$  dentre os valores apresentados. O perfil que apresenta a segunda menor perda de carga é o do grupo de moagem 48/24, apesar de o  $d_c$  ser o menor dentre as amostras, a porosidade deste grupo de moagem é a segunda maior. A permeabilidade de uma estrutura é função dos parâmetros estruturais dela e pode ser estimada pela porosidade associada ao  $d_c$ .

Para elucidar este comportamento foi determinada a constante  $k_1$ , pelo ajuste de uma parábola em cada curva de  $\Delta P/L \times v$  da Figura 18. No ajuste desta parábola foi forçado ela passar pela origem. Com a equação da curva ajustada é possível obter  $k_1$  pela equação (18). Após isso, um gráfico da variação de  $k_1$  em função da porosidade média de cada grupo de moagem foi construído. A Figura 19 apresenta uma curva da constante de permeabilidade darciana de cada grupo de moagem em função de porosidade.

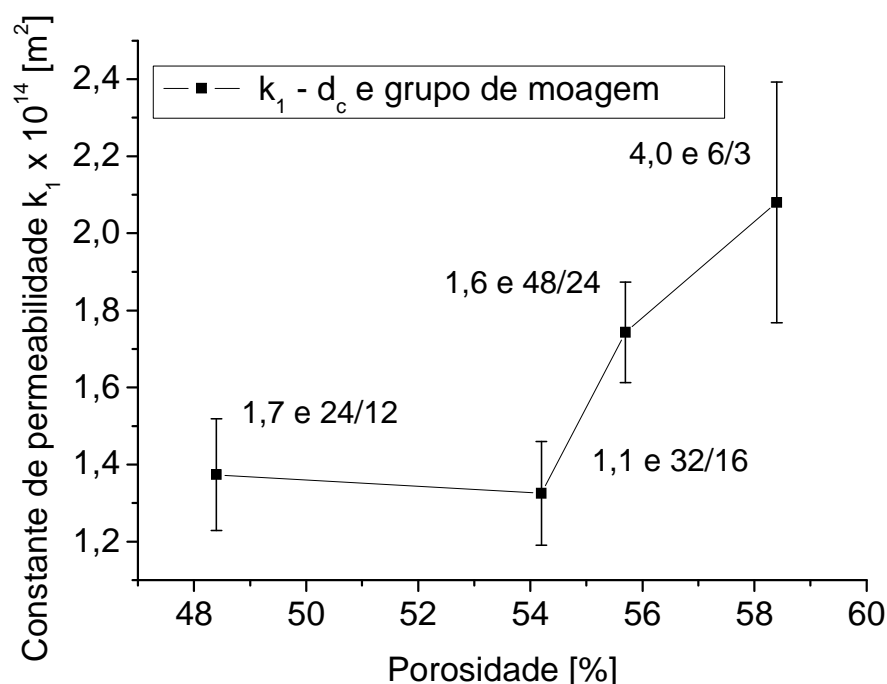


Figura 19 – Constante de permeabilidade darciana  $k_1$  em função da porosidade média apresentada pelo grupo de moagem (informação ao lado de cada ponto contendo o  $d_c$  e o grupo de moagem).

Nesta curva é possível verificar a influência da porosidade e do  $d_c$  na variação da constante de permeabilidade  $k_1$ . O grupo de moagem 32/16 apresenta a

menor constante de permeabilidade, entretanto esta não é a estrutura que apresenta a menor porosidade, é a que apresenta o menor  $d_c$ . Isso explica a alta perda de carga desta estrutura. A estrutura que apresenta a segunda maior perda de carga é a estrutura obtida pelos parâmetros de moagem 24/12. Esta estrutura apresenta um  $d_c$  de 1,7  $\mu\text{m}$ , mas apresenta a menor porosidade dentre todas as amostras. Pela associação destes fatores, ela apresenta o comportamento verificado na Figura 18 (segunda maior perda de carga).

De acordo com o modelo matemático da equação (18) para a permeabilidade darciana, proposto por Ergun, verifica-se a dependência quadrática da permeabilidade em função do  $d_c$ . Por isso, apesar do grupo 32/16 apresentar uma porosidade 54%, este grupo apresenta um  $d_c$  quatro vezes menor que o apresentado pelo grupo 6/3, o que faz com que este grupo apresente o menor  $k_1$ .

Para modelar as constantes de permeabilidade dos grupos de moagem, foram utilizados a porosidade e o  $d_c$  médio de cada grupo de moagem como dado de entrada para a equação (18). Na Figura 20, a modelagem matemática dos valores de  $k_1$  em função da porosidade é apresentada.

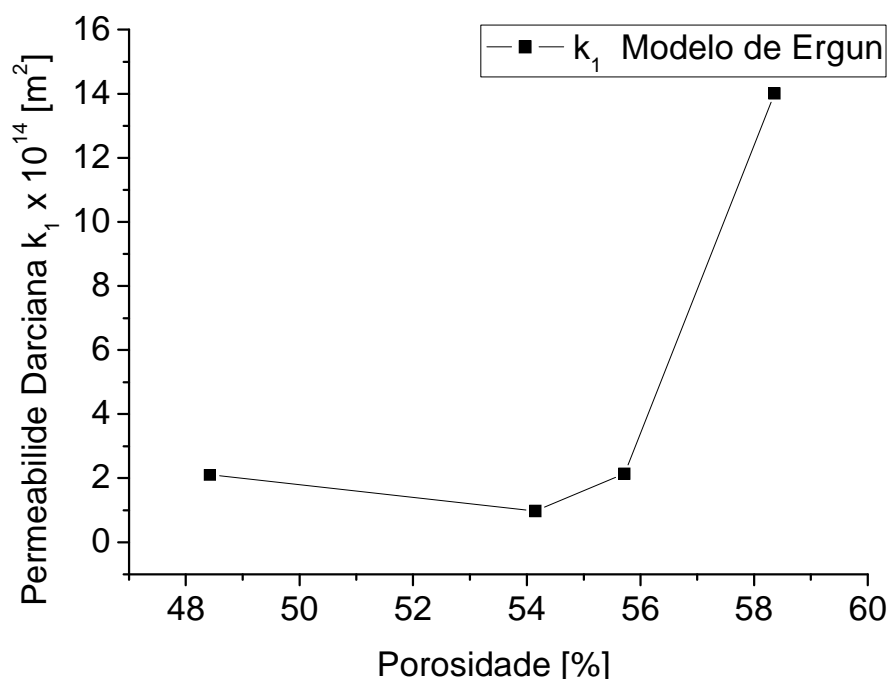


Figura 20 – Modelo de permeabilidade darciana de Ergun.

Verifica-se o mesmo perfil de variação da permeabilidade darciana apresentado pela determinação experimental mostrada na Figura 19 e a mesma

ordem de grandeza, visto que estão todos muito próximos de  $10^{-14} \text{ m}^2$ . Apenas o valor de  $k_1$  referente ao grupo 6/3 apresenta um valor mais elevado que o determinado experimentalmente. Assim, ao ser analisado a constante de Kozeny,  $k_k$ , em função de  $k_1$  verifica-se que os valores para  $k_k$  são próximos a 5, valor utilizado para obter a equação(13), entretanto o valor da  $k_k$  para o grupo 6/3 foi de 21. Na Figura 21 os valores de  $k_k$  em função de  $k_1$  são apresentados.

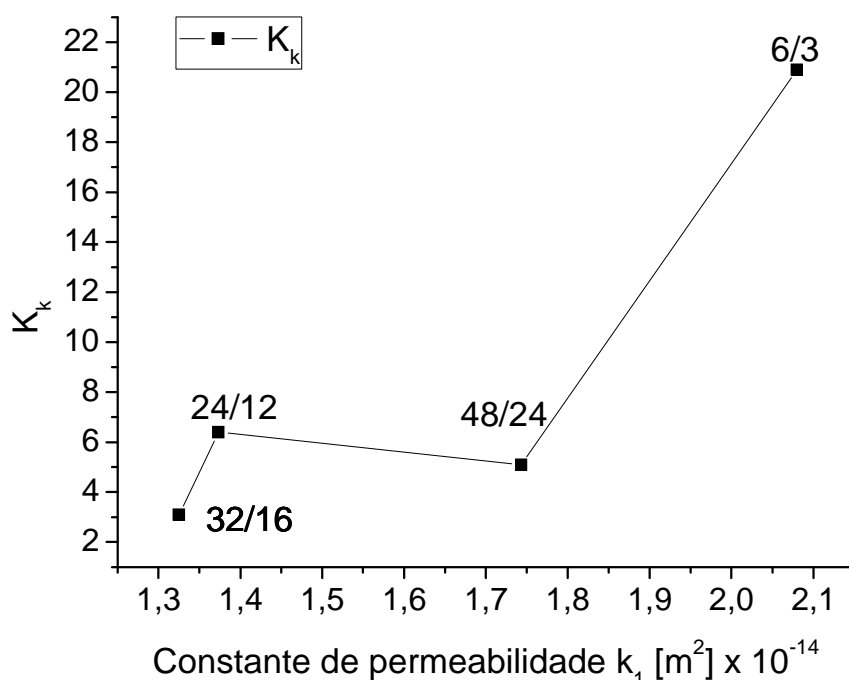


Figura 21 – Constante de Kozeny ( $k_k$ ) em função de  $k_1$  (informação ao lado de cada ponto contendo o grupo de moagem).

Nesta figura, ao lado de cada ponto está indicado qual grupo de moagem corresponde o ponto. Verifica-se que o único valor que se distancia de 5 é o ponto referente ao grupo 6/3. Isso pode ser uma explicação do por que o valor da constante  $k_1$  resultante do modelo matemático apresentou uma ordem de grandeza de diferença em relação ao resultado experimental.

Utilizar as duas constantes de permeabilidade,  $k_1$  e  $k_2$ , é uma forma mais realista e precisa para representar a permeabilidade. A constante  $k_2$  é conhecida como constante de permeabilidade não-darciana. Nessa abordagem do fenômeno físico, os efeitos inerciais da movimentação do fluido através do meio poroso são considerados.

Na Figura 22, os resultados experimentais de permeabilidade não-darciana são apresentados.

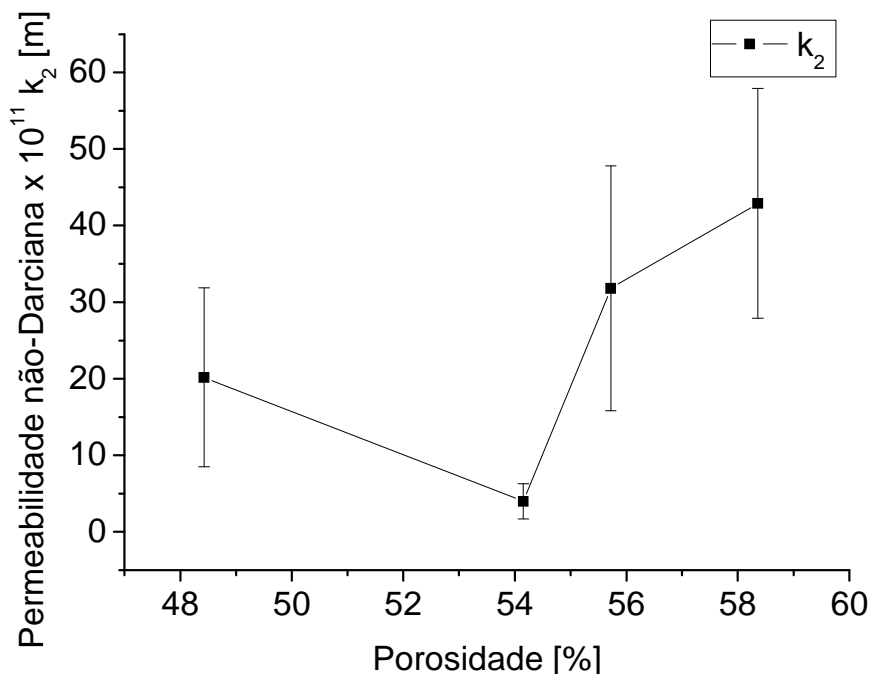


Figura 22 – Constante de permeabilidade não-darciana  $k_2$  em função da porosidade média apresentada pelo grupo de moagem.

O mesmo comportamento apresentado pelo  $k_1$  é verificado no  $k_2$ . O valor médio  $k_2$  é de aproximadamente  $1,5 \cdot 10^{-10}$  m. Para equacionar a variação de  $k_2$  foi utilizada modelagem matemática de Ergun, através da equação (19), onde a variação do  $k_2$  é função da porosidade e tamanho de poros da estrutura. Os dados obtidos através da equação (19) podem ser vistos na Figura 23.

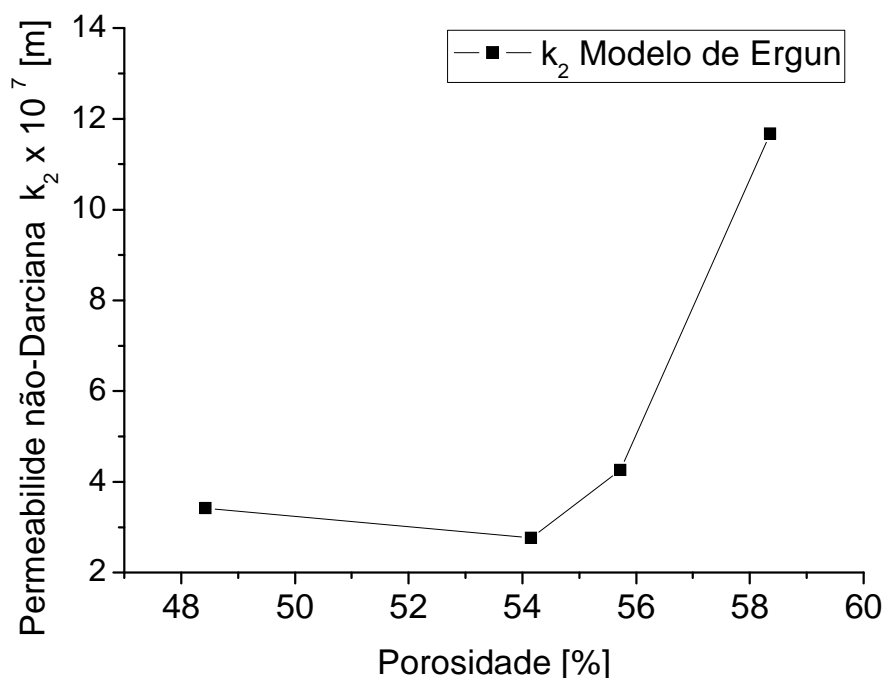


Figura 23 – Modelo de permeabilidade não-darciana de Ergun.

Com este modelo foi possível verificar a mesma variação das constantes de permeabilidade obtidas experimentalmente. Este fato corrobora com a hipótese levantada para a explicação da Figura 22, que aponta um comportamento de variação do  $k_2$  semelhante ao comportamento do  $k_1$ . Os valores de  $k_2$  obtidos pela modelagem matemática de Ergun apresentaram valores muito maiores, três ordens de grandeza acima que os dados experimentais.

Nos meios porosos obtidos por colagem por barbotina, a determinação do tamanho de partícula é complexa, pois não existe uma geometria definida para descrever o grão que constitui a estrutura. Outro fator que contribui para o aumento de perda de carga é que a estrutura é composta por caminhos tortuosos, que aumentam os efeitos inerciais do escoamento do fluido.

A estimativa de  $Re_i$  foi procedida de acordo com a equação (28) para determinar o regime de escoamento. Para isso, foi proposto um CPL trabalhando com potência entre 10 e 220 W, uma estrutura porosa com 55% de porosidade, com diâmetro de poros variando entre 1,1 e 4,0  $\mu\text{m}$ , utilizando acetona como fluido de trabalho. Esta variação pode ser vista na Figura 24.

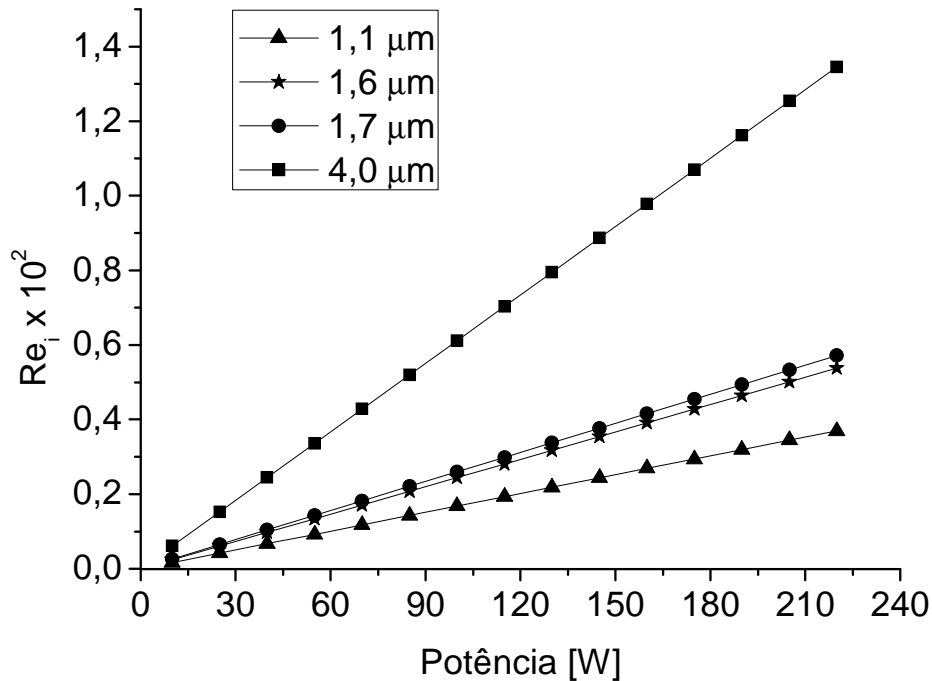


Figura 24 – Variação do  $Re_i$  com a potência para diferentes tamanhos de poros.

Verifica-se um amplo intervalo de trabalho onde o regime de escoamento é laminar, pois mesmo um  $d_c$  de  $4,0 \mu\text{m}$  e variando a potência até  $220 \text{ W}$  o valor de  $Re_i$  não ultrapassou  $1,5 \cdot 10^{-2}$ . Este valor está compreendido no intervalo de um regime de escoamento laminar, sem a influência substancial dos efeitos inerciais [Colombo,2005; Kaviany,1999].

Como valores de  $Re_i$  não ultrapassaram o valor de 1, o escoamento do fluido no interior da estrutura porosa utilizada no CPL enquadra-se no regime laminar. A equação (7) foi utilizada para a estimativa de perda de carga no interior do elemento poroso, pois esta descreve o comportamento de um fluido em escoamento laminar. Nesta equação foi substituída a velocidade pela potência aplicada no CPL, obtida pela equação (27). Com isso foi possível determinar a perda de carga em função da potência aplicada no sistema de bombeamento capilar de acordo com a equação (33).

$$\Delta P = \frac{\mu L}{k_1} \cdot \frac{\dot{Q}}{\rho A h_{iv}} \quad (33)$$

Como os valores de  $k_2$ , apresentaram valores muito baixos, fazendo com que os efeitos inerciais fossem mais enfatizados, o modelo da perda de carga a

partir da equação (9) também foi utilizado. Nesta equação, o termo de Forchheimer considera a existência de efeitos inerciais. A equação (34) apresenta a perda de carga em função da potência aplicada no CPL considerando os efeitos viscosos e inerciais.

$$\Delta P = \frac{\mu L}{k_1} \cdot \frac{\dot{Q}}{\rho A h_{lv}} + \frac{\rho L}{k_2} \cdot \left( \frac{\dot{Q}}{\rho A h_{lv}} \right)^2 \quad (34)$$

A perda de carga foi obtida pela variação da potência entre 10 e 220 W, utilizando a acetona como líquido de trabalho, com a temperatura de reservatório de 60°C. Foi utilizado um meio poroso hipotético com espessura de 10 mm e diâmetro de 36 mm, com valores de  $k_1$  e  $k_2$  entre os valores determinados experimentalmente.

A Figura 25 mostra a curva de perda de carga em função da potência aplicada no CPL utilizando a equação de perda de carga que considera apenas os efeitos viscosos (equação (33) – Darcy) e a que considera os efeitos viscosos e inerciais (equação (34) – Forchheimer).

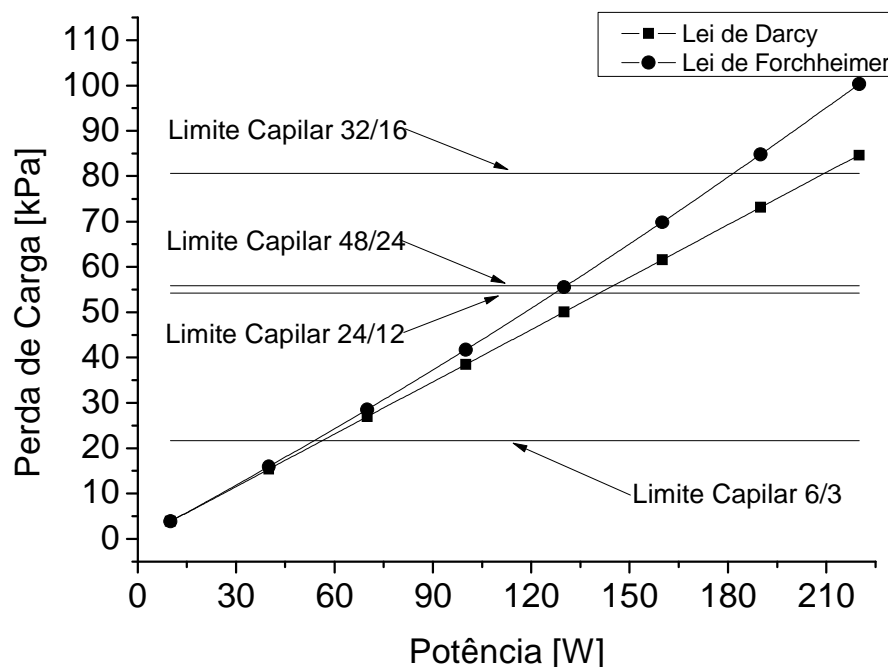


Figura 25 – Perda de carga do elemento poroso em função da potência aplicada no CPL (acetona).

Nesta figura, as linhas horizontais são os limites capilares, medidos por extrusão capilar, dos meios porosos de cada grupo de moagem. Primeiramente,

verifica-se que os efeitos inerciais do escoamento são caracterizados pela diferença nas curvas de perda de carga, apesar de o escoamento enquadrar-se no regime laminar. Isso pode ser explicado pelo baixo valor de  $k_2$  ( $1,5 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ ), esta constante é a responsável pelo aumento na curvatura na parábola que descreve a perda de carga, isso faz com que o termo de Forchheimer apresente considerável influência na perda de carga, apesar das baixas velocidades. Isso faz com que a equação de perda de carga que considera o termo inercial deva ser utilizada para a predição do comportamento desta propriedade nas estruturas de colagem por barbotina.

Em relação às perdas de cargas propriamente ditas, verifica-se que o limite capilar das estruturas do grupo de moagem 6/3 é atingido com a potência de 60 W. Para as estruturas do grupo 24/12 e 48/24 o limite capilar é atingido em aproximadamente 130 W e para a estrutura 32/16 o limite é atingido em aproximadamente 180 W. Isto oferece um intervalo de funcionamento de aproximadamente 130 W para o CPL utilizando estruturas obtidas a partir de um tempo de moagem maior que 24/12.

Para a caracterização estrutural dos meios porosos é importante a obtenção das duas constantes de permeabilidade através da equação de Forchheimer, pois esta abordagem possui maior adequação ao fenômeno físico da perda de carga em uma estrutura porosa. Os valores experimentais e desvio padrão de  $k_1$  e  $k_2$  são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Resultados de permeabilidade darciana e não-darciana.

Amostra	$k_1 \times 10^{14} [\text{m}^2]$	$k_2 \times 10^{11} [\text{m}]$
6/3	$2,1 \pm 0,5$	$15 \pm 2$
24/12	$1,4 \pm 0,3$	$20 \pm 1$
32/16	$1,3 \pm 0,4$	$3 \pm 2$
48/24	$1,7 \pm 0,3$	$19 \pm 2$

Verificar-se que  $k_1$  apresentou valores muito similares e desvio padrão da ordem de décimos da unidade medida, fator que corrobora com a afirmação que as amostras de um mesmo grupo possuem homogeneidade microestrutural. Os valores de  $k_2$  apresentaram valores similares, com exceção do grupo 32/16 que apresentou os menores valores, o que era esperado, vista a curva de alta perda de carga destas estruturas em função da velocidade do fluido.



#### 4.1.6 Análise de Imagem

A técnica de análise de imagem propicia a determinação de certas propriedades estruturais através do processamento de imagens. Entretanto, as propriedades obtidas por análise de imagem serão tão precisas quanto maior for o grau de representatividade da imagem analisada. Para tal, é necessária a obtenção e binarização de imagens das microestruturas das estruturas. Na Figura 26, imagens típicas dos grupos de moagem e suas respectivas imagens com binarização invertida são apresentadas. A inversão na binarização é necessária por que nas imagens obtidas por MEV a fração sólida é representada pela parte branca, e para os cálculos de propriedade realizados pelo software a parte branca deve representar a fração de vazios.

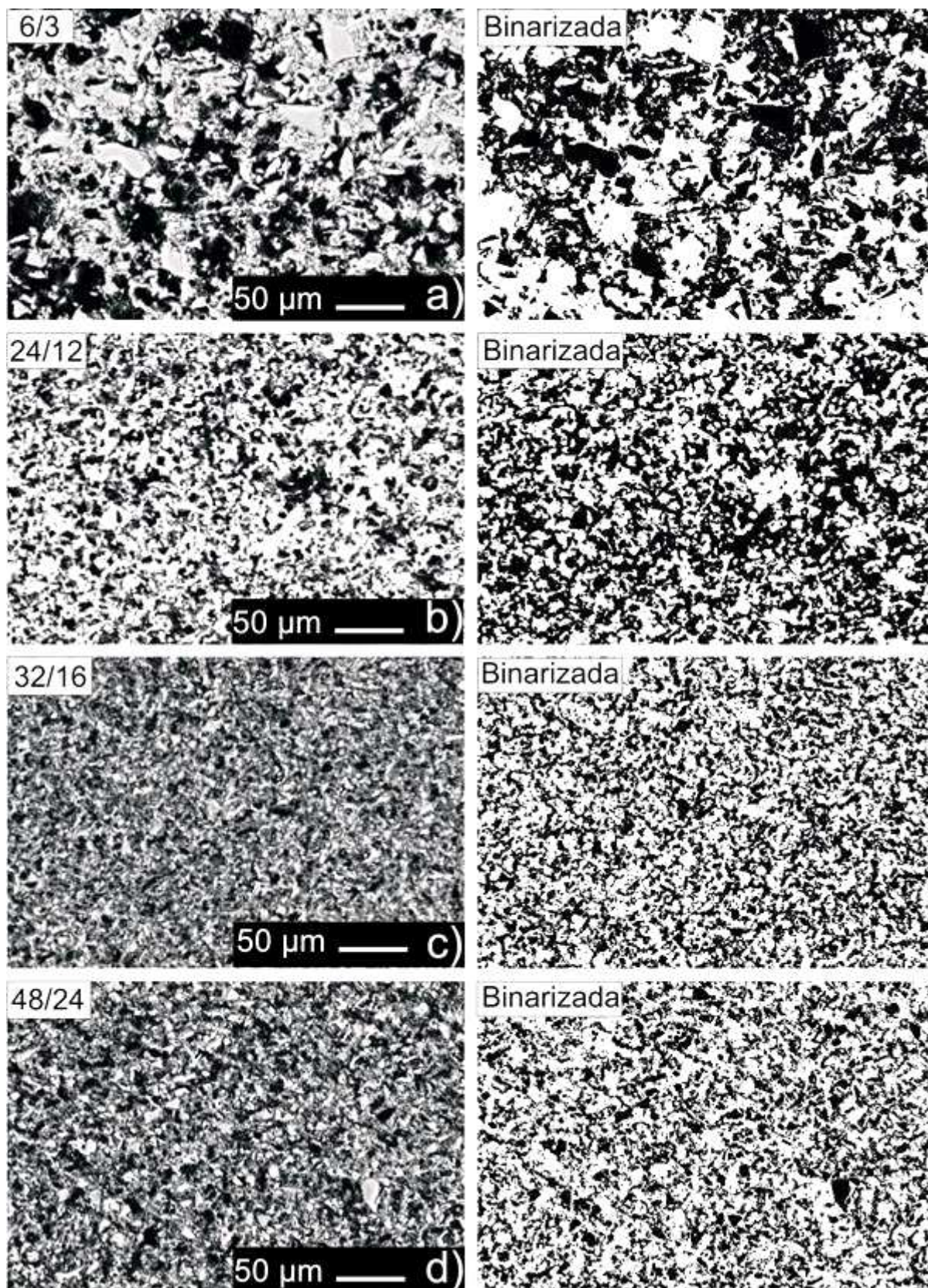


Figura 26 – Microestrutura das amostras de cada grupo de moagem com aumento de 400x (esquerda – micrografia obtida por MEV; direita – micrografia com binarização invertida).

Observa-se nas micrografias, do lado esquerdo da Figura 26, que os materiais são compostos de uma fase clara correspondente ao material cerâmico (mulita/alumina) e a fase escura correspondente aos poros. Estas estruturas apresentam grãos com tamanhos distribuídos homogeneamente, bem como poros com formatos irregulares. A diferença entre os grupos de moagem é o tamanho de grão que constitui a estrutura.

As características apresentadas pelas microestruturas dos distintos grupos de moagem apresentada na Figura 16 são também verificadas na Figura 26. Entretanto, nesta última observa-se com mais facilidade a dimensão dos tamanhos de poros e grãos. Isso é ocasionado por que estas estruturas são obtidas pelo embutimento e corte transversal das amostras, fato que gera imagens de estruturas com características bidimensionais.

A Figura 26 (a) representa a imagem bidimensional de uma amostra do grupo de moagem 6/3, nesta imagem é visível a existência de grãos de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$  adjacentes a grãos de 20  $\mu\text{m}$ .

Na Figura 26 (b), é possível verificar que os grãos e os poros da microestrutura são mais arredondados, entretanto sua disposição na microestrutura não é homogênea vista a existência de grãos com grande volume interconectado. Esta última informação pode ser verificada na figura pela existência da fase clara interconectada, que implica na ocorrência de certa tortuosidade no interior da estrutura.

As Figura 26 (c) e (d), também apresentam uma fase clara interconectada, que propicia a formação de caminhos tortuosos e apresentam microestruturas muito semelhantes. Nestas estruturas, tanto as fases claras e quanto as fases escuras apresentam tamanhos muito similares.

As imagens à direita são imagens binarizadas invertidamente das imagens da esquerda, onde a parte preta representa a fase cerâmica e a parte branca os poros.

#### 4.1.6.1 Porosidade por análise de imagens

A porosidade total obtida por análise de imagem dos grupos de moagem pode ser vista na Tabela 11.

Tabela 11 – Porosidade por análise de imagem.

	6/3	24/12	32/16	48/24
Porosidade [%]	52 $\pm$ 4	48 $\pm$ 2	53 $\pm$ 1	56,4 $\pm$ 0,5

Verifica-se que os valores da porosidade encontrada por análise de imagem apresentam valores muito próximos aos encontrados por técnicas experimentais (ver Tabela 7). Além da similaridade com as técnicas experimentais, o mesmo comportamento de variação da porosidade em relação ao tempo de moagem é verificado.

Na Figura 27, os dados de porosidade obtidos através das diferentes técnicas de caracterização empregadas neste trabalho são apresentados comparativamente.

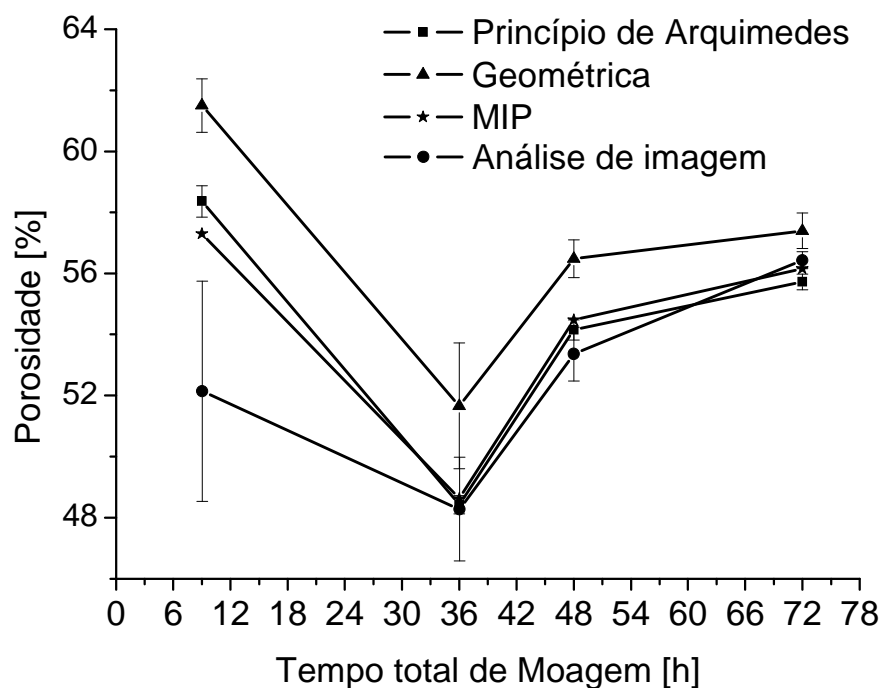


Figura 27 – Comparação entre técnicas de determinação de porosidade.



Observa-se que os valores obtidos por análise de imagem apresentam porosidades iguais ou menores que as técnicas experimentais. Esta constatação é mais proeminente nos valores do grupo de moagem 6/3, onde além do valor mais distinto das outras técnicas, este grupo apresentou o maior desvio padrão. Verifica-se que a porosidade geométrica apresenta valores maiores que os valores das outras técnicas além de um grande desvio padrão. Constata-se o mesmo comportamento de variação da porosidade dentre as técnicas de determinação de porosidade utilizadas. As técnicas se equiparam para tempos de moagem grandes, pois estes geram estruturas com microestruturas mais isotrópicas.

#### 4.1.6.2 *Determinação de função de autocorrelação*

A função de autocorrelação retorna informações a respeito da organização estrutural. Para exemplificar, será utilizada a Figura 28.

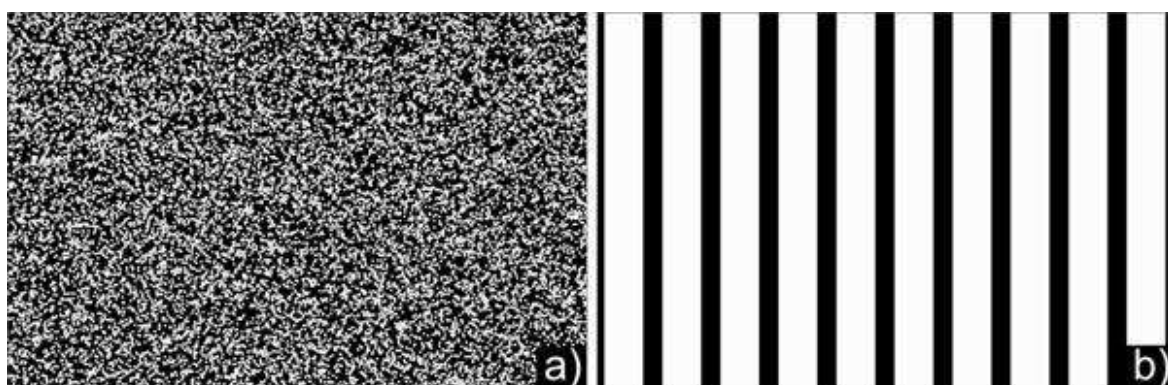


Figura 28 – Imagem com baixo alcance de autocorrelação (a) imagem com alto alcance de autocorrelação (b).

Na Figura 28 (a), apresenta-se uma estrutura 300 pontos de 70 píxels de tamanhos distribuídos aleatoriamente pela imagem. Este tipo apresenta uma distância de autocorrelação muito pequena em relação à escala de resolução da microestrutura. Uma figura de listras verticais dispostas a distâncias quantizadas representa uma estrutura bem organizada, como apresentado na Figura 28 (b). Esta figura apresentará uma distância de autocorrelação muito grande para a escala de resolução da figura [Fernandes, 1994].

A Figura 29 apresenta a função de autocorrelação das imagens obtidas de amostras dos grupos de moagem.

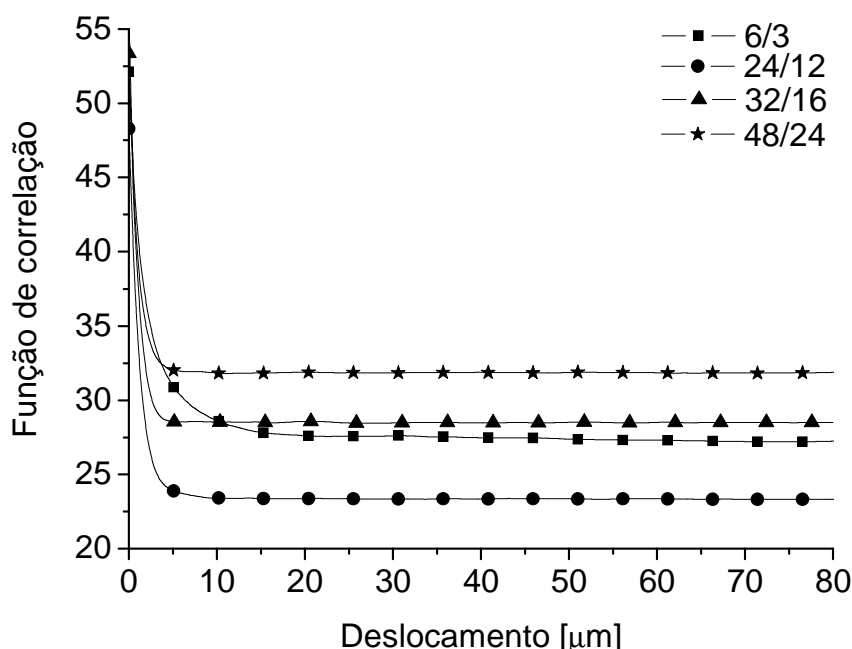


Figura 29 – Função de autocorrelação dos grupos de moagem.

A distância de autocorrelação é obtida pela opção de caracterização fornecida pelo software. Todavia, este valor pode ser determinado pelo ponto onde a curva tende a uma assintota no eixo das abscissas. A distância de autocorrelação dos grupos de moagem, com tempo acima de 24/12, é da ordem de 5  $\mu\text{m}$ . Este valor revela a característica de estruturas homogêneas. Para o grupo 6/3 esta distância é de aproximadamente 15  $\mu\text{m}$ , o que representa uma estrutura menos homogênea. Esta informação pode ser traduzida como a existência de partículas pequenas, adjacentes a partículas grandes. Esta constatação ajuda a explicar o desvio padrão encontrado na determinação de porosidade do grupo de moagem 6/3.

#### 4.1.6.3 Determinação de distribuição do tamanho de poros

Uma propriedade importante a ser estimada pela análise de imagem é a distribuição do tamanho de poros, pois fornece uma noção sobre a dimensão do tamanho crítico de tamanho de poros,  $d_c$ . A distribuição de tamanho de poros dos grupos de moagem pode ser vista na Figura 30.

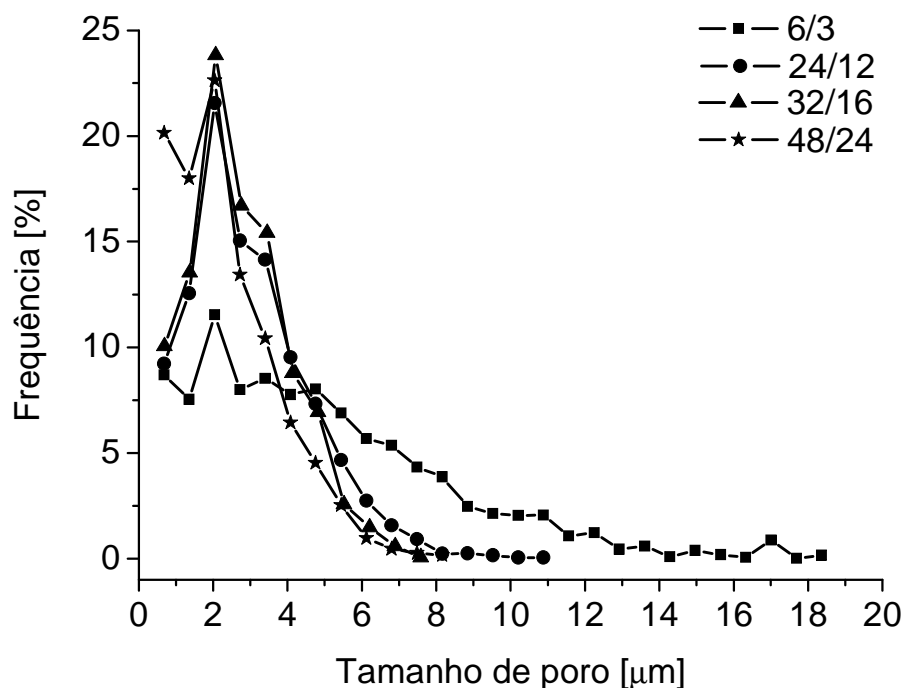


Figura 30 – distribuição de poros dos diferentes grupos de moagem.

Na primeira constatação quantitativa sobre a distribuição de tamanho de poros, é possível verificar que os grupos de moagem apresentaram uma distribuição monomodal de poros. O grupo de moagem 6/3 apresenta uma distribuição larga e com tamanho de poros de até 18  $\mu\text{m}$ . Os outros grupos apresentaram uma distribuição de tamanho de poros mais estreita.

Ainda pela Figura 30, apesar dos grupos de moagem 24/12, 32/16 e 48/24 apresentarem o mesmo pico de máxima frequência de tamanho de poros, é verificada a maior ocorrência de tamanhos menores à medida que o tempo de moagem é aumentado. No grupo 24/12, o primeiro valor encontra-se logo abaixo de 10%, no grupo 32/16 logo acima de 10% e no último grupo ele está posicionado em 20%. Isso indica o aumento da incidência de tamanho de poros menores com o aumento do tempo de moagem.

Na Figura 31, a distribuição de poros acumulada dos grupos de moagem é apresentada. Através desta caracterização, foi possível estimar um diâmetro crítico de poro. Para uma análise preliminar utiliza-se  $d_{90}$  (valor arbitrário) para ser comparado com o  $d_c$ .

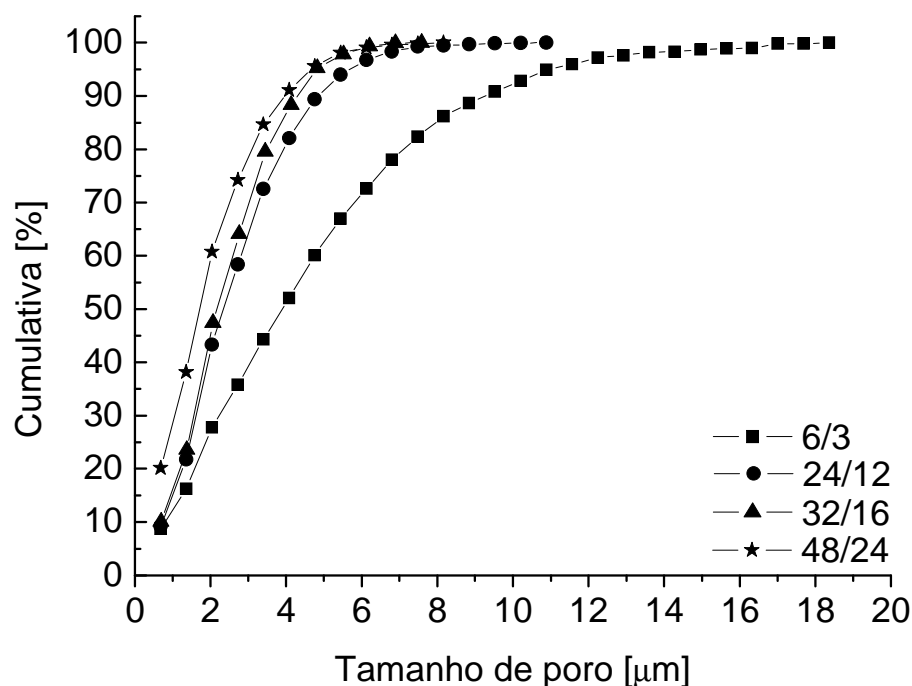


Figura 31 – Distribuição de poros acumulada dos grupos de moagem.

O perfil do  $d_{90}$  apresenta uma redução com o tempo de moagem. Esse fato não foi observado na extrusão capilar e na PIM. Entretanto, o comportamento apresentado pela análise de imagem é similar ao apresentado pelas técnicas experimentais. Verificou-se que ao utilizar o valor de diâmetro de poros  $d_{90}$ , está na verdade subestimando o valor de diâmetro crítico da estrutura. Os valores de  $d_{90}$  dos grupos de moagem podem ser vistos na Tabela 12.

Tabela 12 – Comparação de tamanho de poros.

Técnica	Grupo de moagem	6/3	24/12	32/16	48/24
Análise de imagem ( $d_{90}$ ) [ $\mu\text{m}$ ]		9,2	4,8	4,3	2,9
Extrusão capilar ( $d_c$ ) [ $\mu\text{m}$ ]		4,0	1,7	1,1	1,6
PIM ( $d_{\text{perc}}$ ) [ $\mu\text{m}$ ]		4,0	1,6	1,1	1,3

Observa-se que o diâmetro de percolação de uma estrutura porosa, obtido por PIM, apresenta um valor muito similar ao diâmetro crítico obtido por extrusão capilar. Na extrusão capilar, o diâmetro crítico determinado é aquele em que ocorre o rompimento do menisco de líquido molhante frente à pressão de um



gás. Este valor é mais adequado à aplicação em sistemas de bombeamento capilar, pois, é feito com o fluido de trabalho.

#### 4.1.6.4 *Reconstrução 3-D*

Uma forma de verificar se o sistema 3-D reconstruído por gaussiana truncada está condizente com a estrutura real é através da distribuição do tamanho de poros. Para tal, foram ajustados os parâmetros de reconstrução por tentativa e erro até que a distribuição de tamanho de poros do sistema 3-D se assemelhasse à distribuição de tamanho de poros determinada nas imagens. A reconstrução da amostra do grupo de moagem 6/3 pode ser vista na Figura 32.

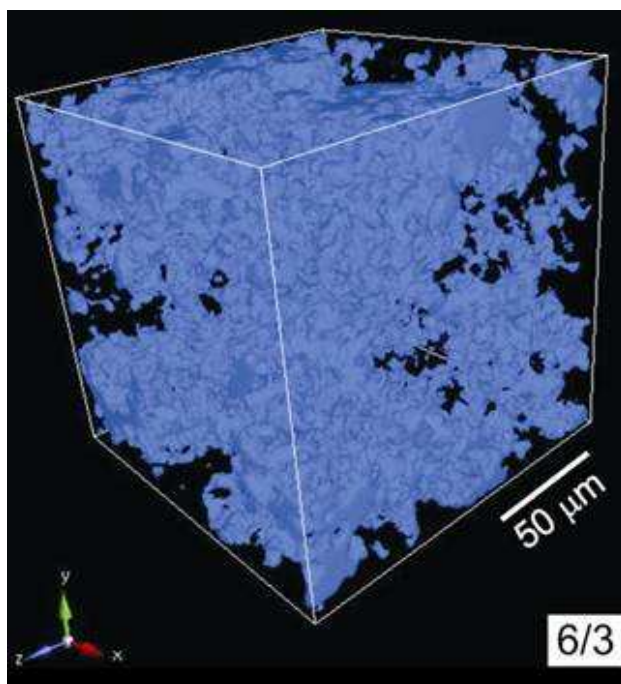


Figura 32 – Reconstrução 3-D da amostra do grupo de moagem 6/3.

Pode observar-se que nessa reconstrução as partículas representadas pela fase azul, apresentam-se menores que a fração sólida dos grãos que compõem a estrutura real, com tamanhos na ordem de 1  $\mu\text{m}$ . Assim, mesmo após várias tentativas de modificação dos parâmetros de reconstrução, não foi possível obter uma distribuição similar à distribuição das imagens 2-D. Esta questão não é inerente à capacidade do método de realizar a reconstrução, e sim à capacidade da imagem 2-D de representar a estrutura real apenas pela função de autocorrelação e a

porosidade. O sistema 3-D, correspondente à função de autocorrelação e porosidade do grupo de moagem 6/3, apresenta uma distribuição de poros menor do que a distribuição do grupo 6/3. Este fator terá implicação na simulação de propriedades físicas deste grupo.

Como a função de autocorrelação dos grupos 24/12, 32/16 e 48/24 são muito similares, as estruturas reconstruídas também devem ser similares. Na Figura 33, as reconstruções 3-D dessas estruturas são apresentadas.

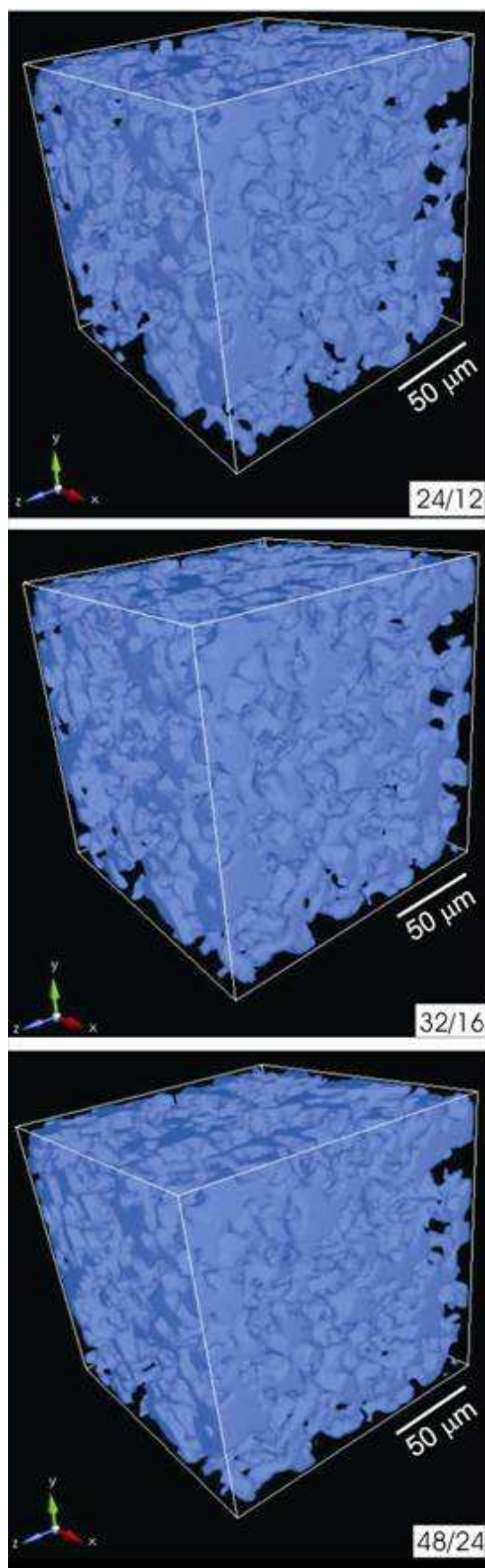


Figura 33 – Reconstrução 3-D das amostras dos grupos de moagem 24/12, 32/16 e 48/24.

Nesta figura, a parte azul representa a fração sólida do material simulado. É possível verificar uma semelhança muito grande entre as estruturas reconstruídas. Isso é explicado por que a função de autocorrelação dos grupos de moagem 24/12/, 32/16 e 48/24 são muito similares e a diferença das imagens a porosidade.

#### 4.1.6.5 Simulação de permeabilidade

Os resultados da simulação de constante de permeabilidade darciana por análise de imagem são apresentados na Figura 34.

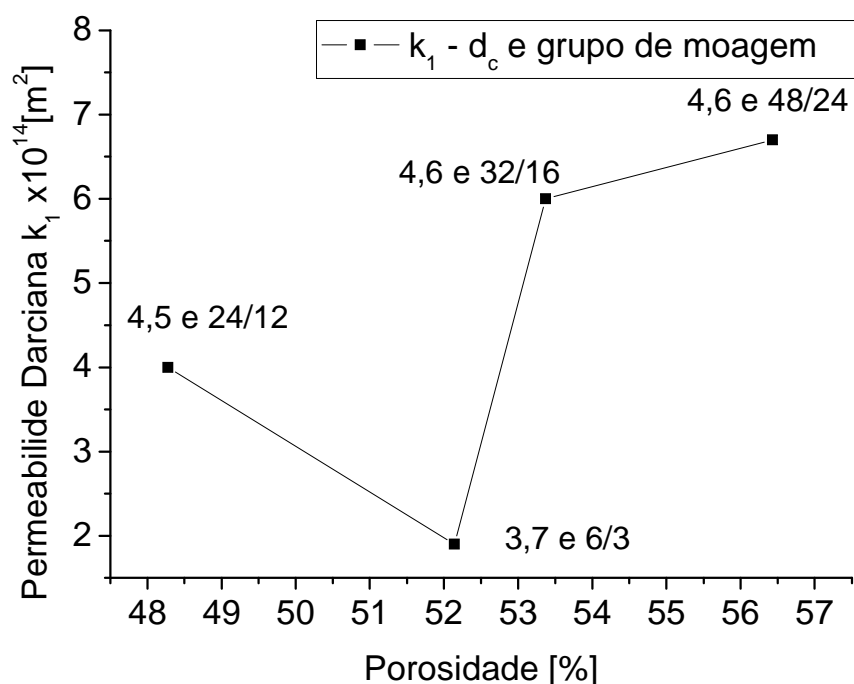


Figura 34 – Permeabilidade por análise de imagem.

Na Figura 34 verifica-se que a variação da permeabilidade é a mesma daquela encontrada experimentalmente, o que corrobora com a afirmação de que a análise de imagens é capaz de fornecer propriedades precisas se as imagens forem condizentes com a estrutura real. Entretanto, os valores de diâmetro de poros das reconstruções 3-D não apresentam a mesma variação que os resultados experimentais. Assim, a permeabilidade obtida por análise de imagem resultou em resultados diferente para cada grupo de moagem. O valor mais baixo valor de constante de permeabilidade é relacionado ao grupo 6/3 que, na reconstrução,

apresentou o menor tamanho de poros. Os valores da simulação de permeabilidade podem ser vistas na Tabela 13.

Tabela 13 – Simulação de constante de permeabilidade darciana por análise de imagem.

Porosidade	48 ±2	52 ±4	53 ±1	56,4 ±0,5
Permeabilidade x 10 <sup>14</sup> [m <sup>2</sup> ]	4,4	1,9	6,0	6,7

Observa-se nesta tabela o mesmo comportamento da permeabilidade em função da porosidade e tamanho de poros. Todavia, os grupos de moagem referentes a estes valores são diferentes, pois, na reconstrução 3-D ocorreu uma disparidade em relação ao diâmetro de poros da estrutura reconstruída em relação à estrutura real. Utilizando a porosidade (por análise de imagem) o diâmetro de poros ( $d_{90}$ ) como dado de entrada para a modelagem proposta por Ergun resulta em valores muito similares aos obtidos pela simulação do Software. A Figura 35 apresenta o resultado da modelagem matemática de permeabilidade proposto por Ergun utilizando como dados de entrada as porosidades e diâmetro de poros dos sistemas 3-D obtidos pela análise de imagem.

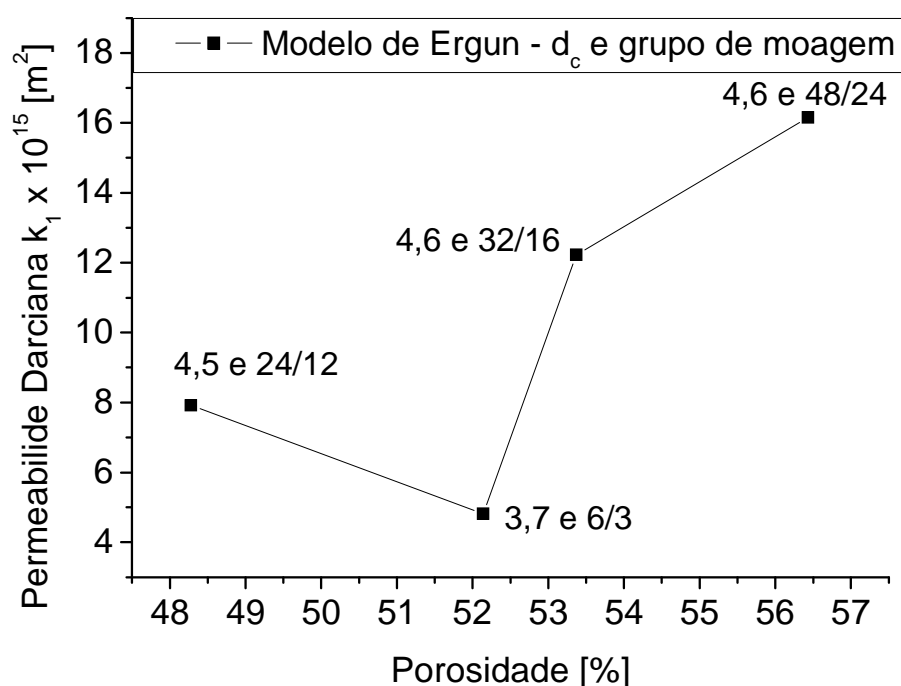


Figura 35 – Modelo de Ergun de permeabilidade com os resultados de análise de imagem.

Apesar do valor determinado por análise imagem apresentar uma variação diferente dos valores experimentais, estes valores encontram-se na mesma ordem de grandeza. Isso implica que, para a simulação de propriedades desta estrutura, a análise fornece dados com valores que se aproximam dos valores experimentais.

#### 4.1.7 Ensaio Mecânico de Compressão

Para estimar a capacidade de resistir aos esforços aos quais as estruturas porosas serão submetidas no processo de montagem e operação do CPL, foram realizados ensaios de resistência à compressão, para a determinação do módulo de ruptura. A Figura 36 mostra uma curva típica de tensão-deformação de uma amostra de cada grupo de moagem sob compressão.

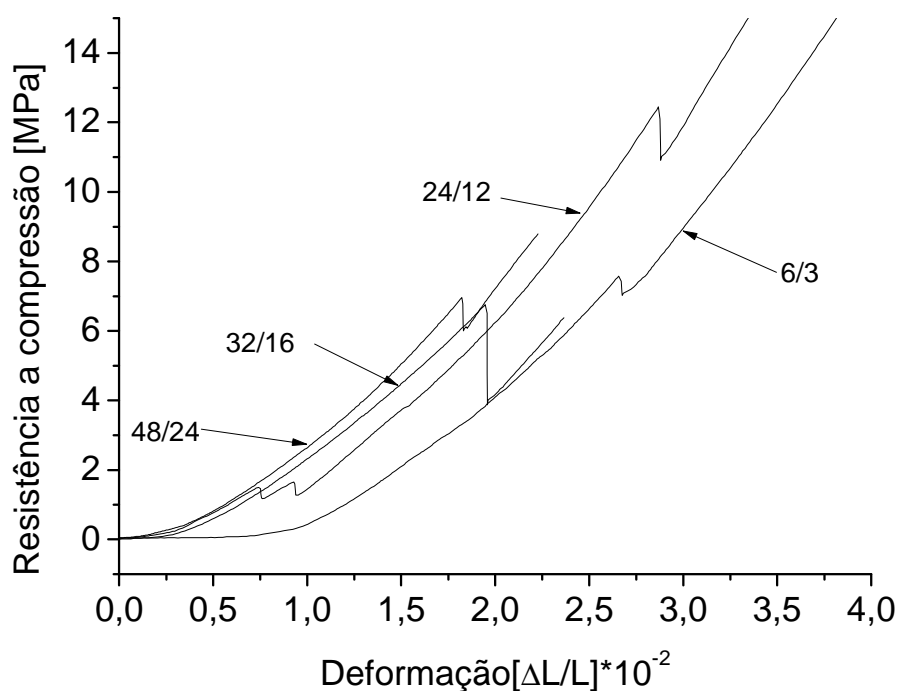


Figura 36 – Curva tensão x deformação para diferentes grupos de moagem.

Nos ensaios referentes aos grupos de moagem 6/3 e 24/12 a tensão foi elevada a valores maiores que 20 MPa, entretanto verificou-se a ocorrência de um degrau em valores abaixo de 15 MPa. Na amostra do grupo 32/16 verificou-se que

este degrau ocorre em decorrência às fissuras na amostra, pois ao ocorrer o degrau o meio poroso partiu-se. Assim, assumiu-se que este degrau deve ser adotado como a máxima tensão que o meio poroso pode ser submetido sem a geração de fissuras que comprometam a estrutura.

Este ponto de máxima tensão suportada foi adotado, por que na aplicação de bombeamento capilar, qualquer fissura ou falha estrutural, irá formar um caminho preferencial à percolação do vapor pela estrutura em direção à linha de líquido, o que propiciaria o colapso do sistema em condições menos rigorosas (menor capacidade de transferência de calor).

A dependência do módulo de ruptura em função da fração volumétrica de poros pode ser vista na Figura 37.

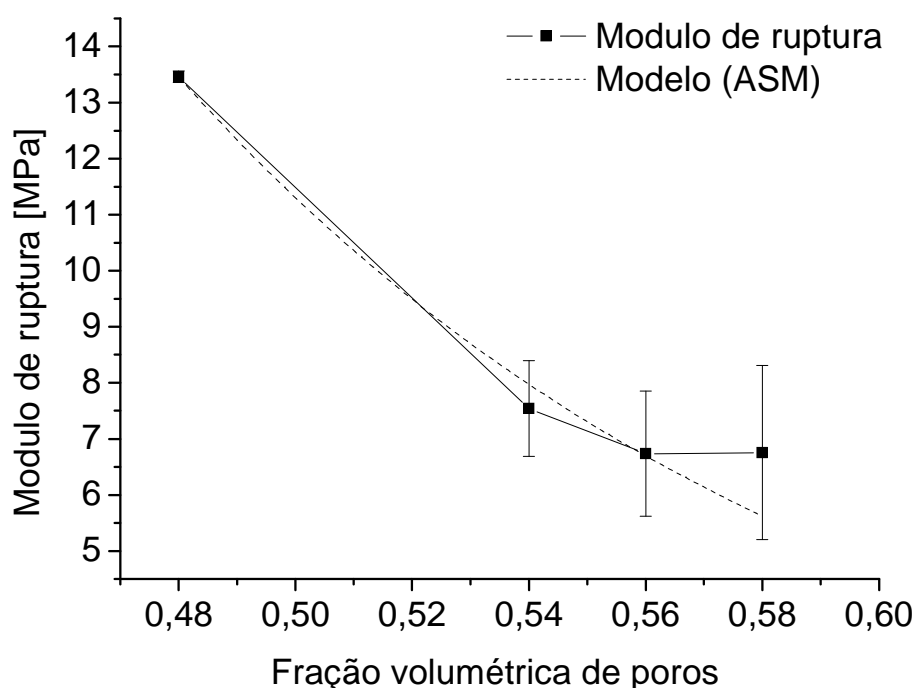


Figura 37 – Módulo de ruptura das amostras em função da fração de poros.

Equação de área sólida mínima descreve o comportamento mecânico de estruturas com as microestruturas apresentadas pelas amostras de colagem por barbotina. A determinação das constantes deste modelo é realizada pelo ajuste de uma curva exponencial representada pela equação (32), aos valores de módulo de ruptura a compressão em função da fração volumétrica de poros.

Após o ajuste da curva, coeficiente de correlação  $R^2 = 0,9882$ , determinou-se um valor de 888 MPa para a constante  $\sigma_0$ . Este valor de  $\sigma_0$  é muito similar com a estimativa obtida pela literatura. A constante b apresentou um valor de

8,75. Este valor aproxima-se ao valor apresentando pelo comportamento mecânico de uma estrutura de partículas esféricas com empilhamento romboédrico ( $b = 9$ ) [Rice et al. 1996 apud Yoshimura, 2005]. Na Figura 38, um empilhamento romboédrico de partículas é apresentado.



Figura 38 – Modelo de átomos com empacotamento conhecido como hexagonal compacto. (imagem cortesia do the Whipple Museum – código Wh.3297).

Nesta figura as partículas são dispostas em dois planos compactos diferentes. Este seria o tipo de empilhamento que poderia ser utilizado para modelar o comportamento mecânico, porém, isso não quer dizer que o empilhamento das partículas que formas estas amostras estão de fato com tal organização. Com estes valores é possível a realização de uma predição dos valores de resistência mecânica em um futuro projeto utilizando estas estruturas.



## 4.2 Biomodelagem

As estruturas vegetais utilizadas para biomodelagem apresentam características adequadas para a aplicação em bombeamento capilar (alta porosidade e pequenos tamanhos de poros).

### 4.2.1 Caracterização Microestrutural

Nesta seção serão apresentadas as micrografias tridimensionais em corte transversal e longitudinal das amostras que foram obtidas com êxito na biomodelagem (apuí, ratam jovem e ratam).

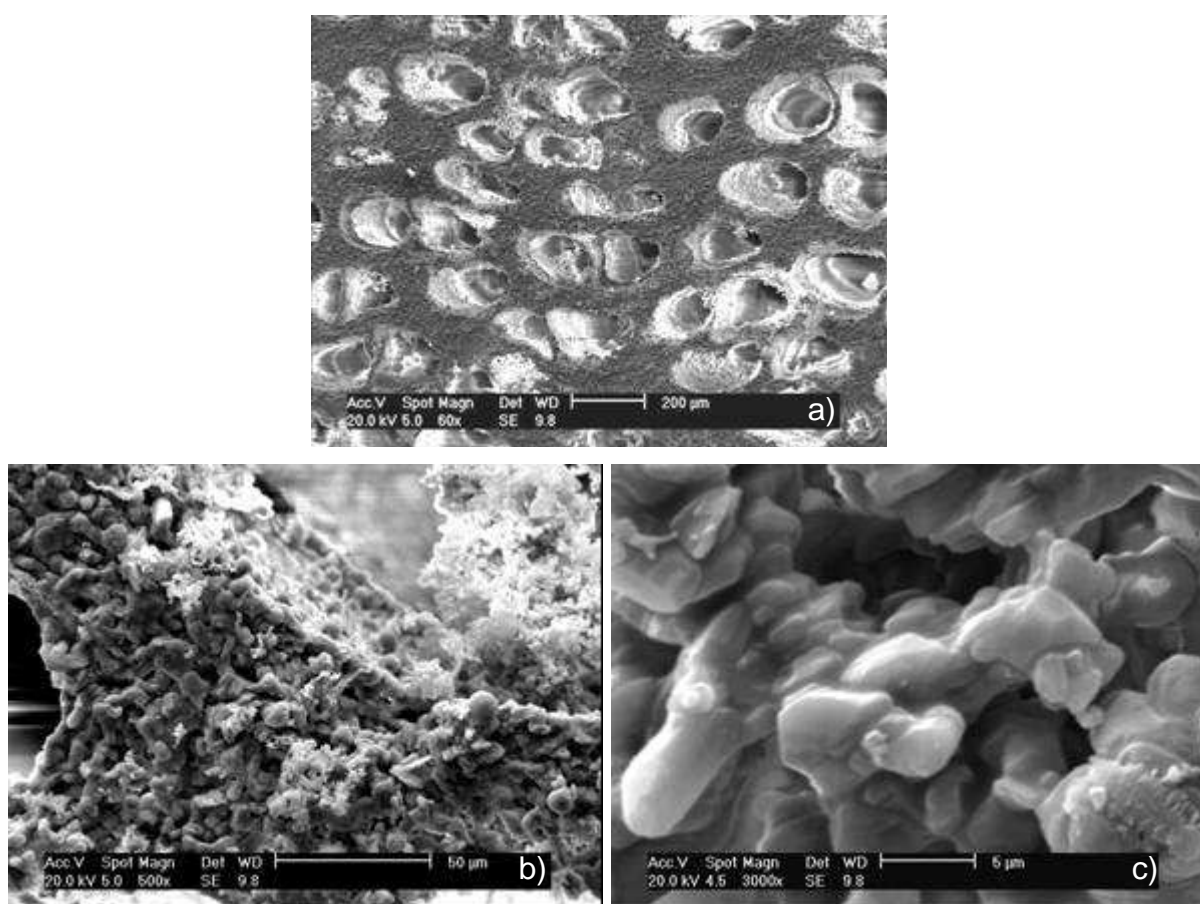


Figura 39 – Estrutura microscópica do apuí em corte transversal.

A Figura 39 (a) é composta por uma matriz de cerâmica (parte escura), que nesta magnitude de ampliação apresenta-se sólida e poros arredondados com

distribuição monomodal de poros de aproximadamente 200  $\mu\text{m}$  distribuídos. Na Figura 39 (b) verifica-se que as paredes da amostra são porosas formadas por pequenos grãos interconectados. Estes grãos são apresentados com melhores detalhes na Figura 39 (c). Nesta figura observam-se grãos com superfícies de cantos arredondados e formação de pescoços de sinterização, representando uma sinterização com formação de fase líquida e subsequente crescimento de grão formando uma estrutura interconectada de grãos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Observando a estrutura longitudinal do apuí foram verificados canais que interconectam os vasos principais de condução de fluido. Desta forma, foi investigado como estas estruturas apresentam-se morfologicamente e como são constituídas as paredes dos vasos principais de condução de fluido. A investigação foi procedida com progressivas ampliações do corte longitudinal. Estas seqüências de imagens são apresentadas na Figura 40.

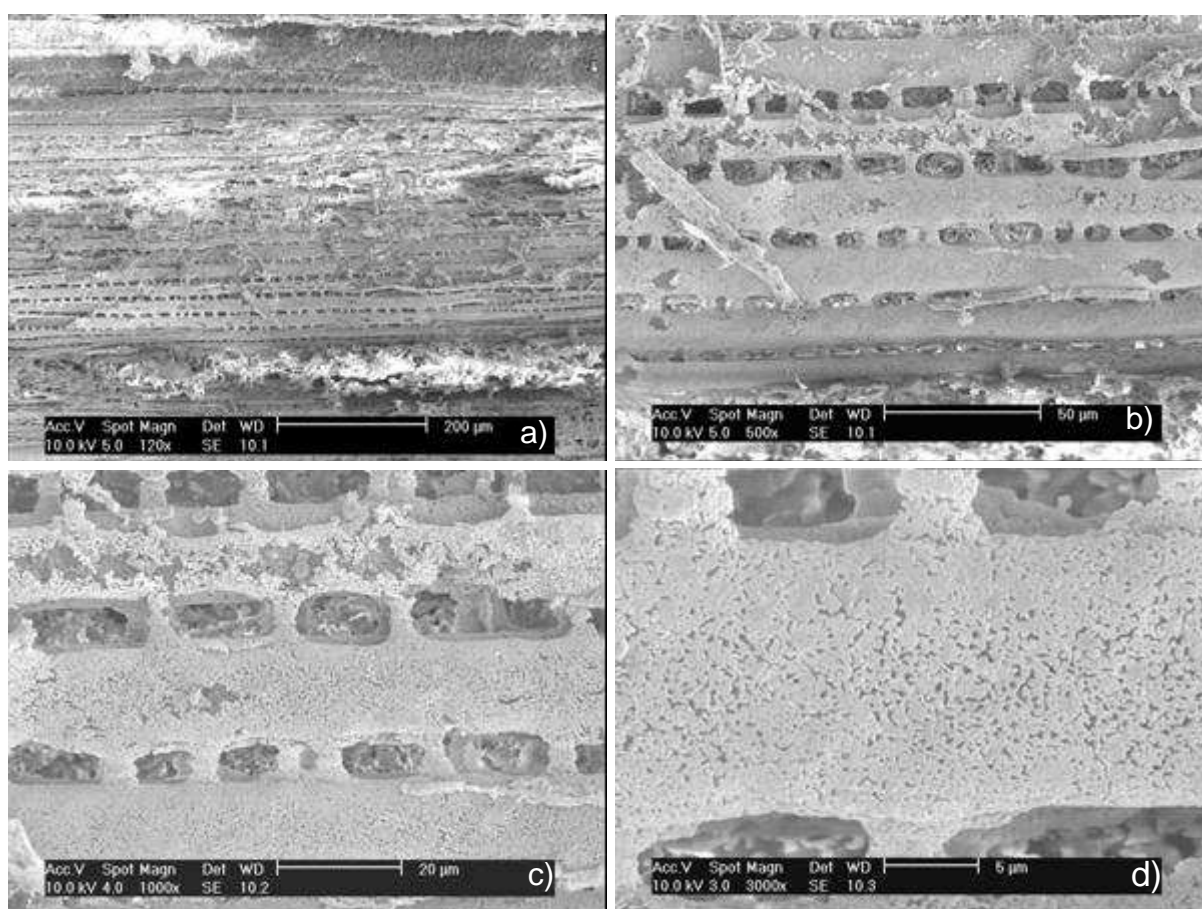


Figura 40 – Estrutura microscópica do apuí em corte longitudinal.

Na Figura 40 (a), os arranjos macroscópicos de filamentos ocos (vasos principais de condução) dispostos horizontalmente compõem a matriz da estrutura (cinza claro). Observam-se poros distribuídos pela matriz (parte escura). Nesta figura, verifica-se que a estrutura cerâmica após a transformação manteve a morfologia celular do vegetal de origem. Na Figura 40 (b), os filamentos são apresentados com melhores detalhes, onde se verifica a existência de conexões entre eles. Estas conexões, na estrutura original, servem como canais de comunicação entre os vasos principais de condução de fluido, além de mantê-los unidos. Esta última função, na estrutura cerâmica biomórfica é mais importante. Isso devido ao fato que o  $d_c$  desta estrutura será determinado pelo diâmetro do vaso principal de condução de fluido e as intercomunicações terão o importante papel estrutural de manter a estrutura íntegra.

Nas imagens com ampliações de até 500x, observa-se a morfologia do material de origem, onde composto de um arranjo tridimensional de canais ocos sobrepostos. Nesta magnitude de ampliação, as paredes destes canais apresentam-se densas. Entretanto, foram obtidas imagens com maiores magnitudes de ampliação para observar melhor estes vasos de conexão e as paredes dos filamentos, detectando-se que paredes destes filamentos apresentam poros sub-micrométricos.

Na Figura 40 (c) foi possível verificar as paredes com poros sub-micrométricos. Ainda nesta imagem, observa-se que a morfologia dos canais que interconectam os vasos principais de condução de fluido apresenta geometria de cilindros com bases cônicas. A Figura 40 (d) é uma ampliação da parede do vaso principal de condução de fluidos. Nesta imagem, os poros estão apresentados com mais detalhes.

Na Figura 41, imagens da parede do vaso de condução de fluidos do vegetal de origem com maiores ampliações são apresentadas.

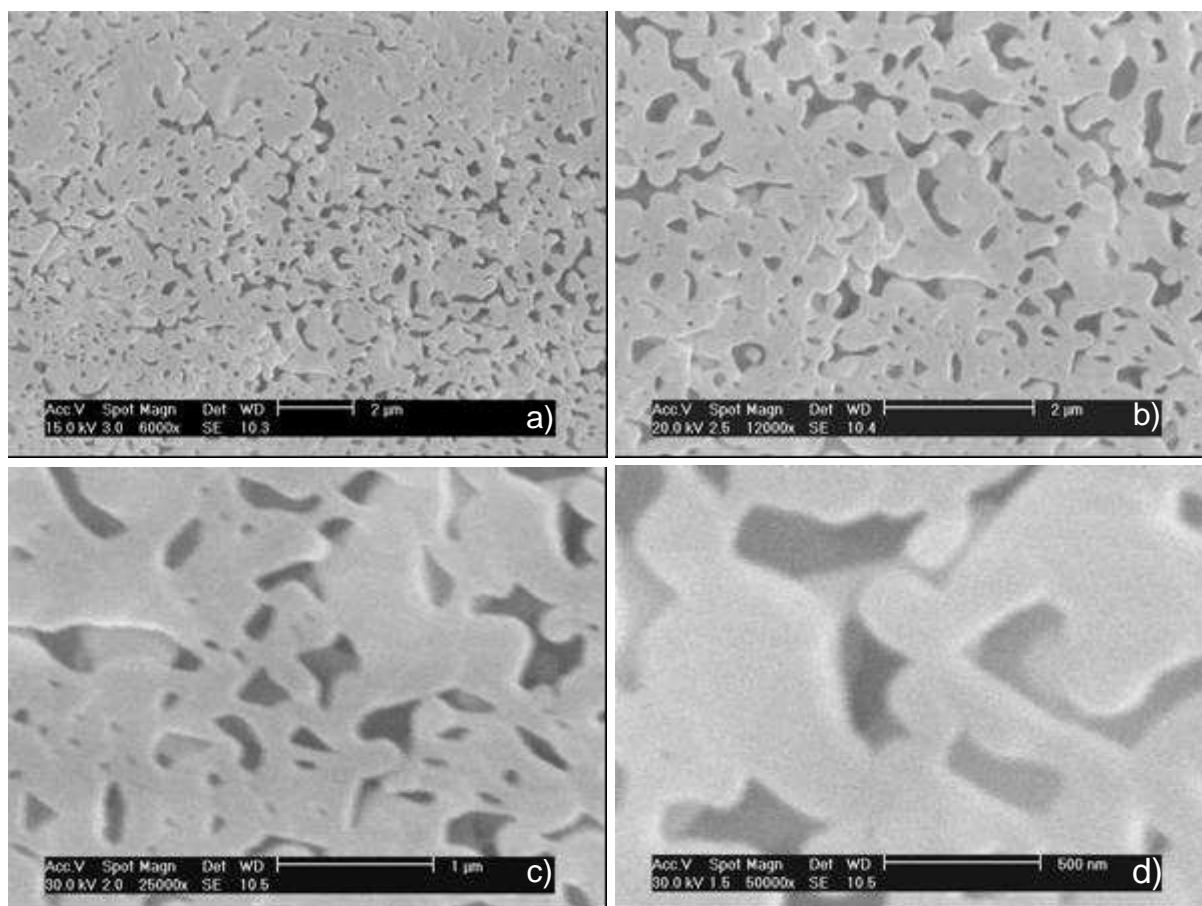


Figura 41 – Vasos de condução de fluido formados por paredes porosas.

As paredes que em baixas magnitudes de ampliação apresentavam-se densas, nestas magnitudes de ampliação apresentam a porosidade mais delineada. Estas imagens são compostas por uma fase cerâmica (parte clara) com poros irregulares distribuídos homogeneamente pela parede (parte escura) Figura 41 (a) e (b). Na Figura 41 (c), é possível verificar que os espaços são interligados com caminhos tortuosos. Na imagem de Figura 41 (d) quantifica-se os tamanhos de poros com menor largura entre 50 e 200 nm. O aumento da porosidade nas paredes da peças contribui de maneira positiva para a aplicação em bombeamento capilar. Isso explica a porosidade de aproximadamente 75% deste tipo de meio poroso.

As microestruturas em corte transversal e longitudinal do meio poroso biomórfico obtido através da utilização de um preformado de ratam jovem podem ser vistas nas figuras a seguir.

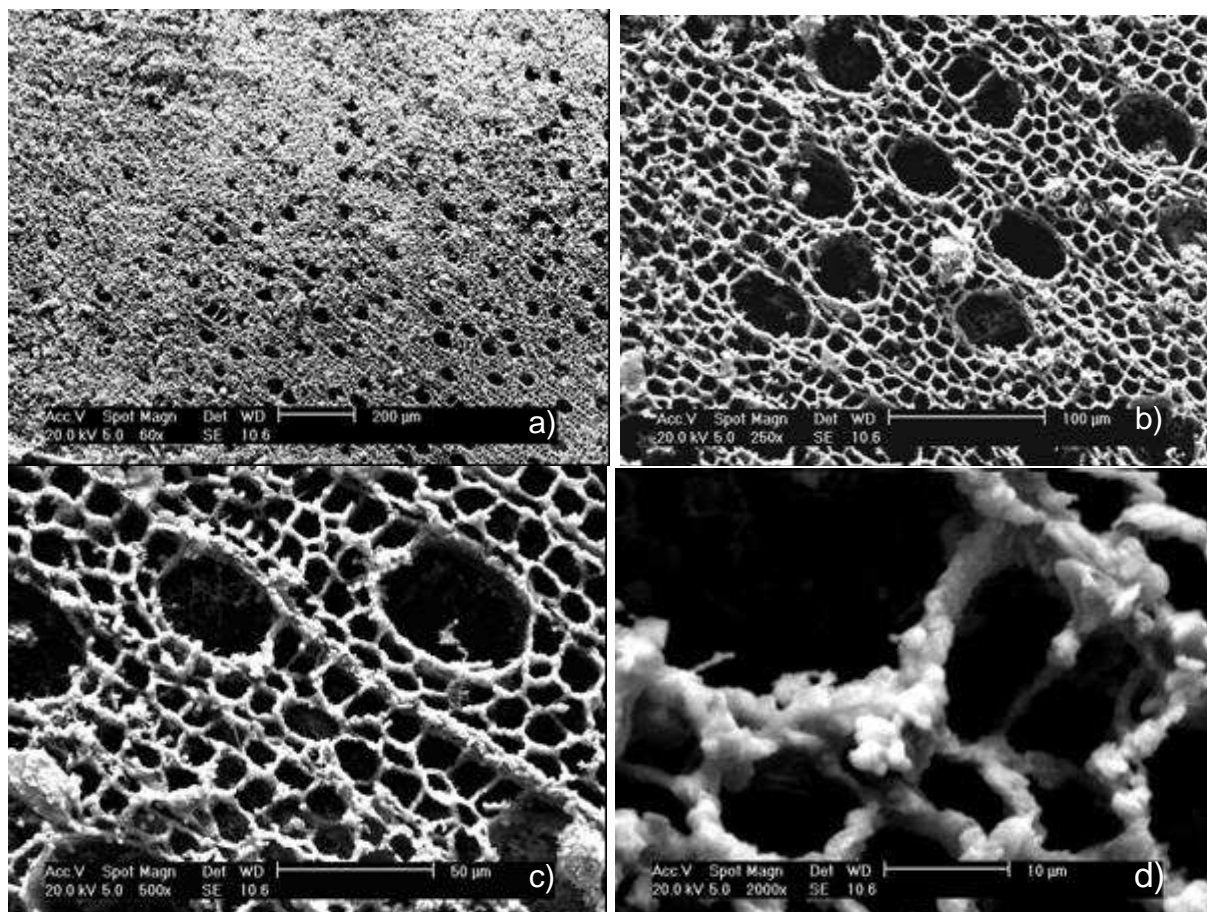


Figura 42 – Estrutura microscópica do ratam jovem com corte transversal.

Na Figura 42 (a) verifica-se uma estrutura porosa composta por uma matriz sólida de cerâmica (parte clara) e poros arredondados com distribuição bimodal de tamanhos de poros homogeneamente distribuídos pela matriz cerâmica (parte escura). Na Figura 42 (b) foi verificada uma estrutura celular bem delineada com poros de aproximadamente 50 µm de diâmetro, que correspondem aos canais de condução de seiva na estrutura vegetal de origem. Poros com aproximadamente 15 µm de diâmetro, correspondentes às fibras de sustentação do ratam jovem, estão distribuídos adjacentemente aos poros de maior diâmetro Figura 42 (c). Verificam-se filamentos formados por grãos  $\text{Al}_2\text{O}_3$  interconectados.

A estrutura micrométrica do ratam jovem em corte longitudinal também foi analisada, como pode ser visto na Figura 43.

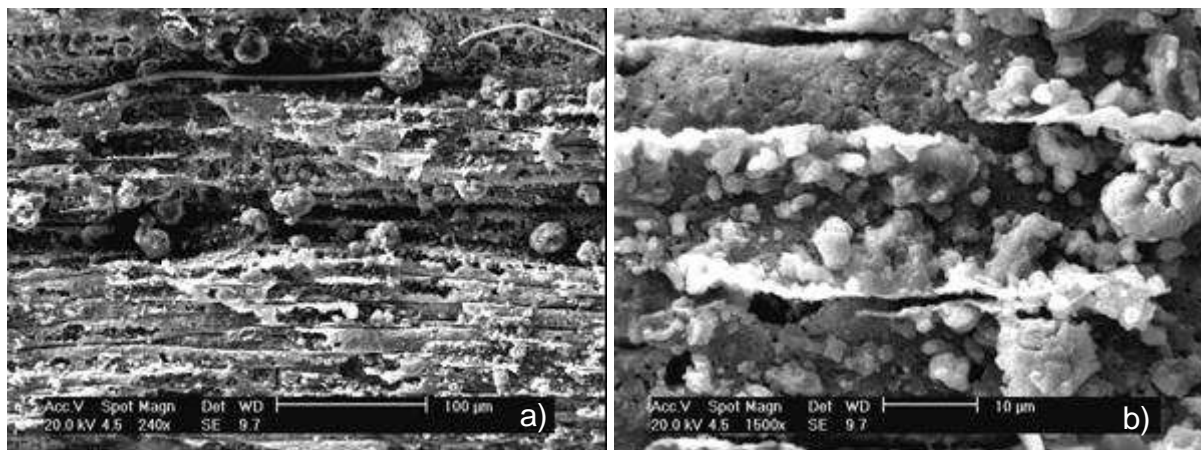


Figura 43 – Estrutura macroscópica do ratam jovem em corte longitudinal.

A Figura 43 (a) é composta por vasos de condução de fluido adjacentes uns aos outros. Observam-se filamentos ociosos sobrepostos tridimensionalmente com paredes adjacentes. Entretanto, nesta magnitude de ampliação não é possível verificar-se a presença de canais de conexão entre os vasos principais de condução de fluido, como apresentado pela estrutura biomórfica de apuí. Na Figura 43 (b), a estrutura é formada por grãos micrométricos, porém, não foi verificado o mesmo tipo de conexão entre paredes de canais de condução encontrada no apuí.

As estruturas micrométricas do ratam analisada em cortes transversais e longitudinais são apresentadas na figuras a seguir. Na Figura 44, a morfologia do ratam em corte transversal é apresentada.

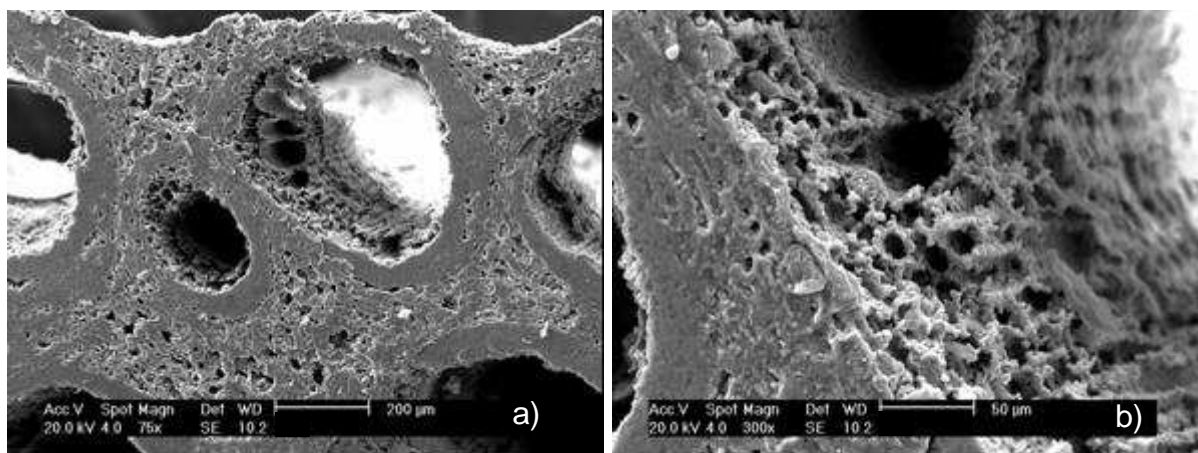


Figura 44 – Estrutura microscópica do ratam com corte transversal.

Na Figura 44 (a), a amostra é composta por uma fase cerâmica (parte cinza) e poros com distribuição bimodal distribuídos homogeneamente na superfície da estrutura. Na Figura 44 (b) observam-se poros de aproximadamente 30 µm, no interior de um poro de aproximadamente 200 µm.

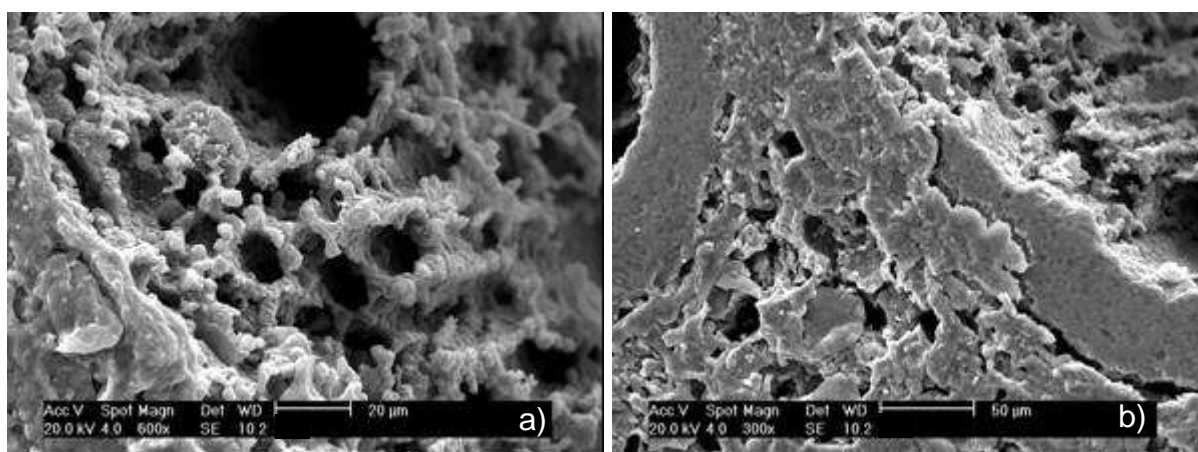


Figura 45 – Estrutura microscópica do ratam com maior amplitude em corte transversal.

Na Figura 45 (a) verifica-se que a estrutura de poros interconectados, 30 µm, é semelhante à estrutura do ratam jovem. Na Figura 45 (b), a morfologia da



parede que compõe a estrutura do ratam é apresentada. Na Figura 46, a morfologia do ratam em corte longitudinal é apresentada.

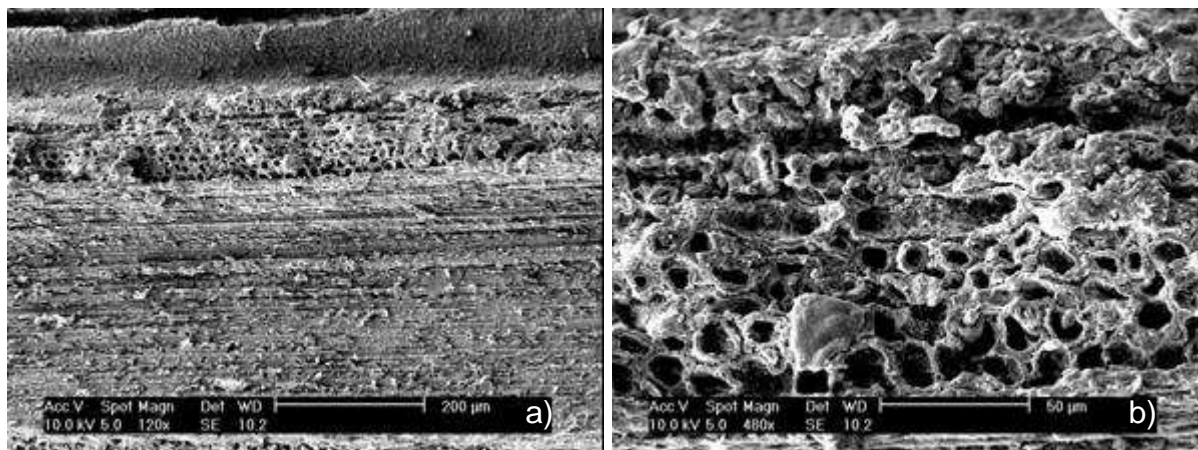


Figura 46 – Estrutura microscópica do ratam em corte longitudinal.

Na parte superior da Figura 46 (a) observam-se canais transversais de condução de fluido com tamanho de aproximadamente 30 µm. Na Figura 46 (b) verificam-se canais de condução transversais com paredes de aproximadamente 1 µm e formato aproximadamente hexagonal.

Com as micrografias apresentadas destes materiais biomórficos, verifica-se que toda a estrutura anatômica hierárquica dos vegetais foi reproduzida, com os canais de condução de fluidos intactos, assim como as paredes do vegetal e canais de conexão entre vasos principais de condução de fluidos. Isso foi observado tanto na estrutura do apuí quanto nas estruturas do ratam jovem e do ratam, diferindo uns dos outros apenas pela distribuição de tamanho de poros.

#### 4.2.2 Determinação de Porosidade

Como citado em seções acima, a porosidade é uma importante propriedade para a aplicação em bombeamento capilar. A porosidade das estruturas cerâmicas replicadas de vegetais é apresentada na próxima seção.



#### 4.2.2.1 Porosidade geométrica e por Arquimedes

A porosidade obtida por princípio de Arquimedes e geométrica pode ser vista na Tabela 14.

Tabela 14 – Porosidade por princípio de Arquimedes e geométrica.

	ratam	ratam jovem	apuí
Porosidade Arquimedes[%]	75,6 $\pm$ 0,4	77,0 $\pm$ 0,4	75,5 $\pm$ 0,8
Porosidade Geométrica[%]	83 $\pm$ 1	81 $\pm$ 2	83, $\pm$ 1

As porosidades por Arquimedes para as estruturas vegetais utilizadas apresentaram valores muito próximos, no intervalo de 76% de porosidade. A diferença entre o valor da porosidade por Arquimedes e geométrica é atribuída à imperfeições na geometria destes elementos poros.

As porosidades apresentadas pelas estruturas vegetais são superiores aos valores apresentados pelas estruturas obtidas por colagem por barbotina. Em média, os meios porosos de colagem por barbotina apresentaram uma porosidade de 55%, e a porosidade das cerâmicas biomórficas, em média, foi de 75%.

#### 4.2.3 Extrusão Capilar

Na extrusão capilar, a pressão capilar teórica foi calculada utilizando-se o  $d_{90}$  determinado por análise de imagem. Os valores de pressão capilar das estruturas biomórficas podem ser vistos na Tabela 15.

Tabela 15 – Pressões capilares e diâmetro crítico.

Cerâmica biomórfica Propriedade	ratam	ratam Jovem	apuí
Pressão capilar (teórica) [Pa]	418	3000	480
Pressão capilar (determinada) [Pa]	463	2680	570
Diâmetro crítico ( $d_c$ ) [ $\mu$ m]	194	33	158

Observa-se um valor de pressão capilar muito próximo ao teórico obtido por análise de imagens. Entretanto, os valores apresentados possuem pelo menos uma ordem de grandeza menor que as estruturas porosas obtidas por colagem por barbotina.

#### 4.2.4 Permeametria Gasosa

Na Figura 47, as curvas de perda de pressão das diferentes estruturas vegetais são apresentadas.

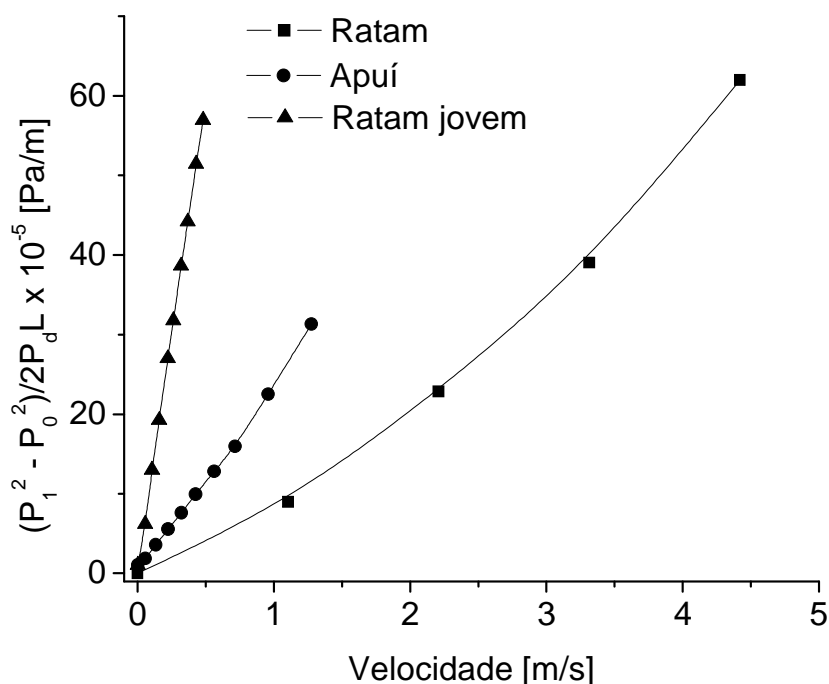


Figura 47 – Perda de carga em função da velocidade do fluido para os três tipos de preformado.

Na Figura 47, verifica-se que a estrutura cerâmica obtida a partir do ratam apresentou a menor perda de carga para a mesma velocidade de escoamento do fluido e a estrutura que apresentou a maior perda de carga foi o ratam jovem. Estas estruturas apresentaram porosidades muito similares (76%), entretanto, os  $d_c$  destas estruturas apresentam diferença de uma ordem de grandeza (30 – 190  $\mu\text{m}$ ). O  $d_c$  apresentou maior influência na magnitude das perdas de carga exibida por estas estruturas.

As constantes  $k_1$  e  $k_2$  foram obtidas pelo ajuste dos dados de queda pressão à equação (10). Na Figura 48, as constantes  $k_1$  em função do diâmetro de poros são apresentadas.

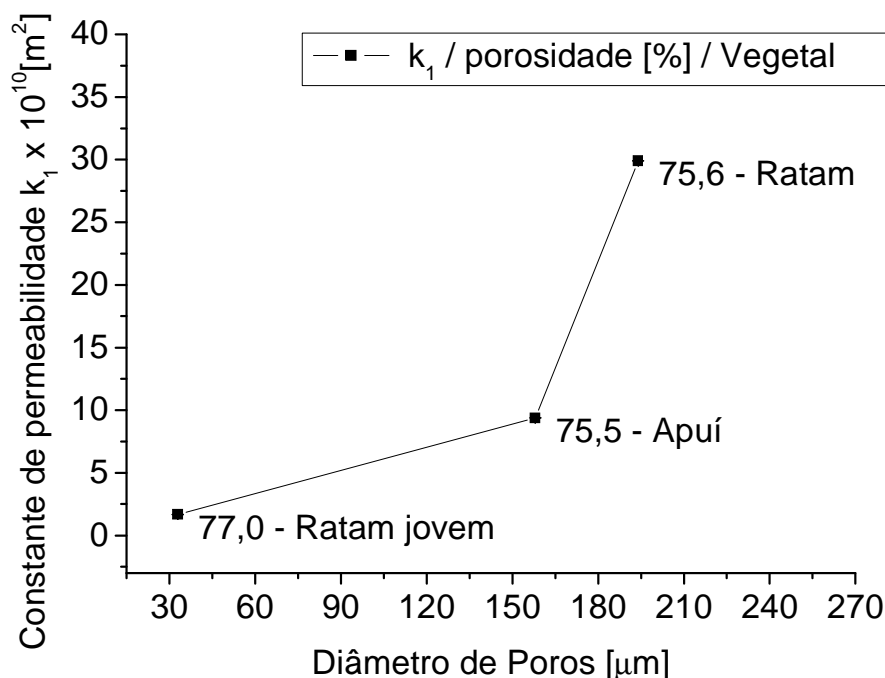


Figura 48 – Constante de permeabilidade darciana  $k_1$  em função diâmetro crítico de cada vegetal (informação ao lado de cada ponto contendo a porosidade e o tipo de vegetal do qual a estrutura foi originada).

Observa-se na Figura 48 que o ratam jovem apresenta a menor constante de permeabilidade mesmo apresentando a maior porosidade. Os meios porosos oriundos do ratam e do apuí apresentam porosidade muito similares, entretanto o ratam apresenta a constante de permeabilidade maior que o apuí. Isso é explicado pela diferença de aproximadamente  $30 \mu\text{m}$  entre os diâmetros críticos de poros destas duas estruturas.

O ajuste, de acordo com Ergun, para o  $k_1$  das estruturas porosas cerâmicas obtidas por biomodelagem em função do diâmetro crítico de poros é apresentada na Figura 49.

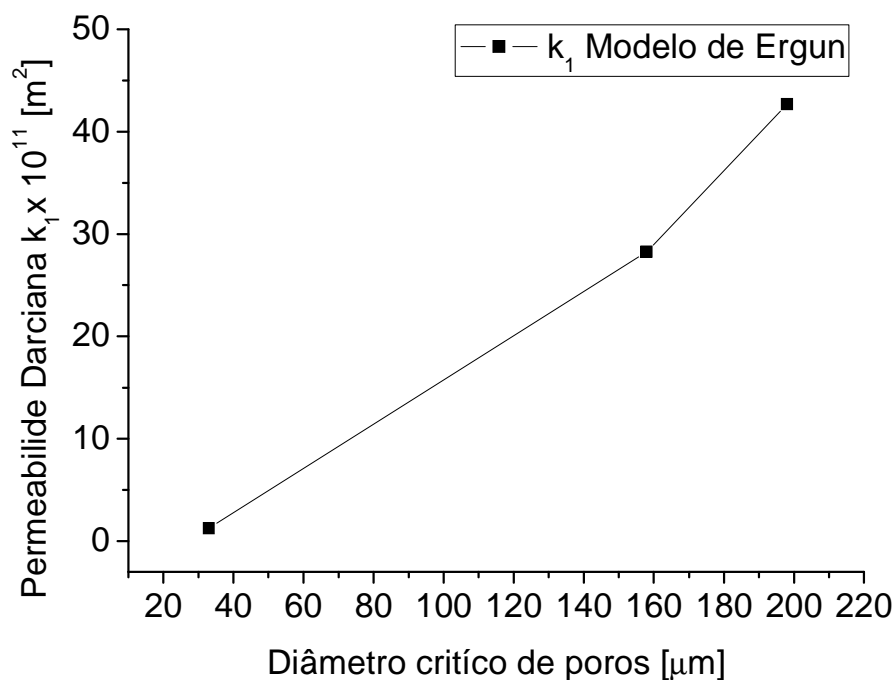


Figura 49 – Modelagem da permeabilidade darciana de acordo com Ergun para os meios porosos obtidos por biomodelagem.

Para as estruturas obtidas por biomodelagem, a modelagem matemática apresenta valores similares aos determinados experimentalmente, tanto em relação ao perfil de variação quanto aos valores simulados. Isso pode ser explicado por que a microestrutura dos vegetais apresenta um esqueleto com padrões de construção mais definidos. Em comparação aos elementos porosos cerâmicos em que a estrutura foi originada de partículas dispostas aleatoriamente no espaço, as estruturas obtidas por biomodelagem apresentam um esqueleto com uma geometria mais fácil de descrever. Na Figura 50 os valores de  $k_k$  em função de  $k_1$  são apresentados.

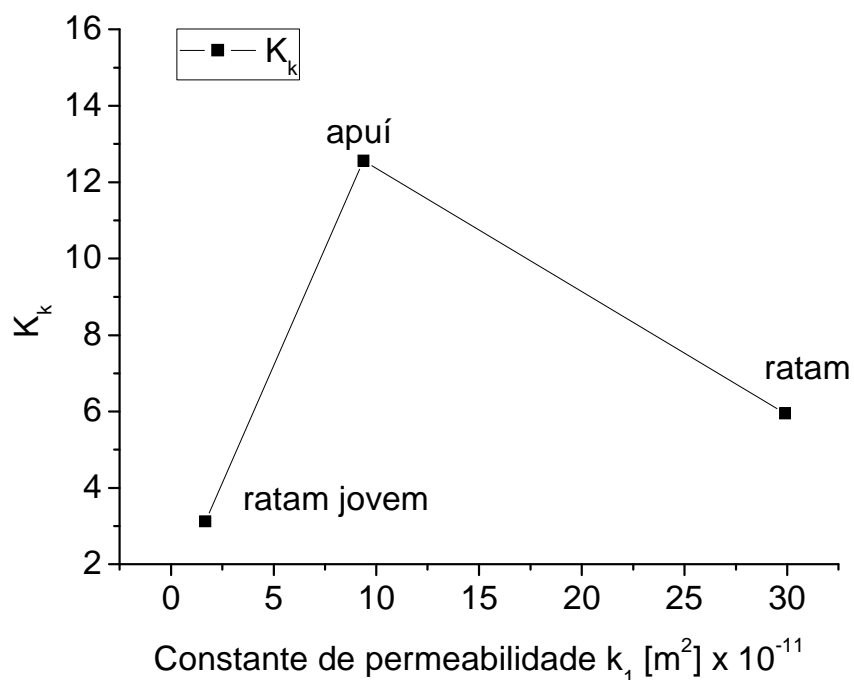


Figura 50 – Constante de Kozeny ( $k_k$ ) em função de  $k_1$  (informação ao lado de cada ponto contendo o tipo de vegetal do qual a estrutura foi originada).

Nesta figura, ao lado de cada ponto está indicado qual tipo de estrutura biomórfica corresponde o ponto. Verifica-se que o único valor que se distancia de 5 é o ponto referente ao material obtido a partir de apuí. Isso pode ser uma explicação do por que o valor da constante  $k_1$  resultante do modelo matemático apresentou uma ordem de grandeza de diferença em relação ao resultado experimental.

Estas estruturas também foram caracterizadas através da constante de permeabilidade não-darciana  $k_2$ . Na Figura 51, a determinação experimental da constante de permeabilidade não-darciana,  $k_2$ , em função do diâmetro crítico de poros é apresentada.

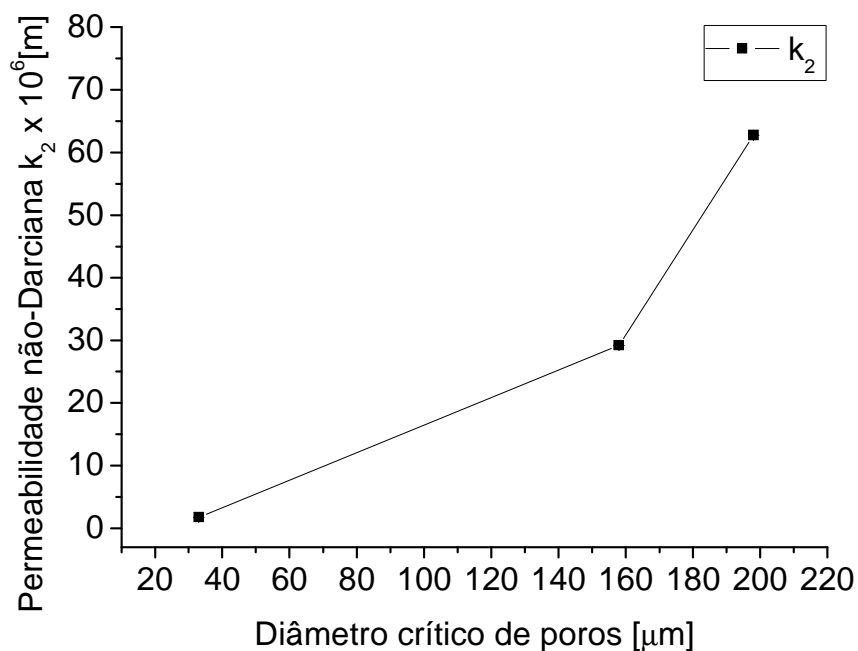


Figura 51 – Constante de permeabilidade não-darciana,  $k_2$ , para os meios porosos obtidos por biomodelagem, em função do diâmetro crítico de poros.

Observam-se valores de  $k_2$  muito maiores que os apresentados pelos meios porosos obtidos por colagem por barbotina. O perfil de comportamento da  $k_2$  em função do  $d_c$  é o mesmo apresentado pelos valores experimentais de  $k_1$ . A modelagem matemática das estruturas com porosidade e  $d_c$  das estruturas vegetais é apresentada na Figura 52.

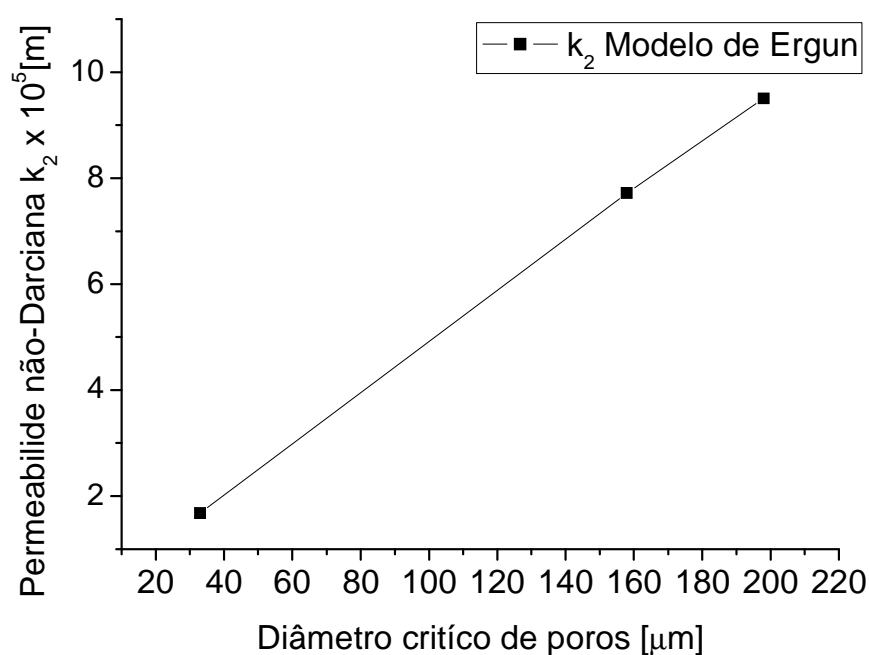


Figura 52 – Modelagem da permeabilidade não-darciana de acordo com Ergun.

Verifica-se um comportamento da modelagem matemática muito similar à variação da  $k_2$  experimental, assim como os próprios valores simulados. Este fator corrobora com a informação que estas estruturas apresentam geometrias melhor definidas e assemelham-se à estrutura da qual a modelagem matemática foi proposta.

A mesma abordagem para determinação de regime de escoamento foi realizada com as estruturas porosas obtidas por biomodelagem. A estimativa de  $Re_i$  foi procedida de acordo com a equação (28). Para isso, propôs-se de um CPL utilizando com potência entre 10 e 220 W no evaporador, uma estrutura porosa com 76% de porosidade, com diâmetro de poros variando entre 30 e 194  $\mu\text{m}$  e utilizando acetona com fluido de trabalho. Esta modelagem pode ser vista na Figura 53.

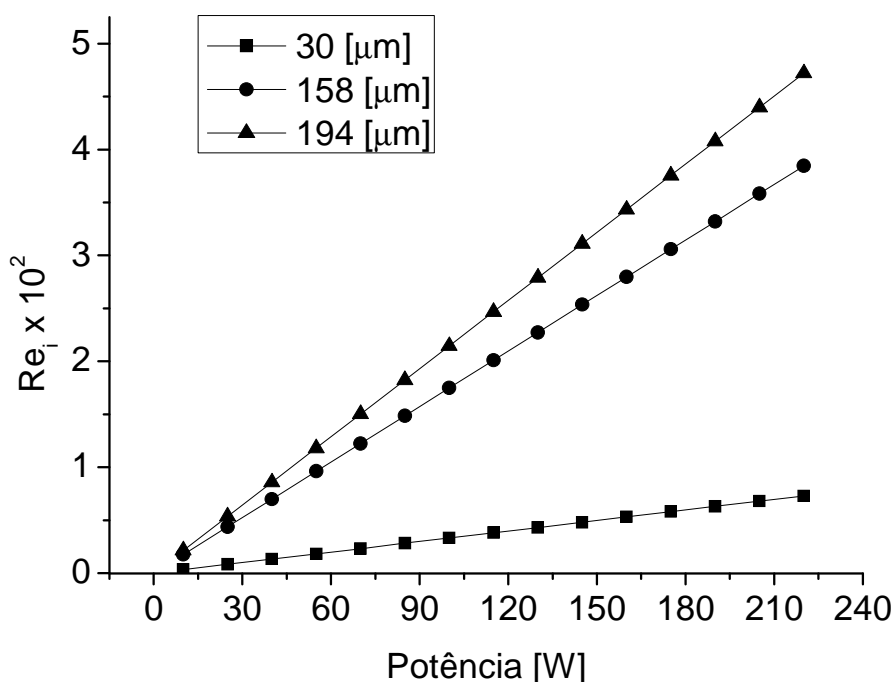


Figura 53 – Variação do  $Re_i$  com a potência para diferentes tamanhos de poros.

Verifica-se um amplo intervalo de trabalho onde o regime de escoamento é laminar, pois mesmo um  $d_c$  de 194  $\mu\text{m}$  e variando a potência até 220 W o valor de  $Re_i$  não ultrapassou  $5 \cdot 10^{-2}$ . Este valor está compreendido no intervalo de um regime de escoamento laminar, sem a influência substancial dos efeitos inerciais.

A equação (33) foi utilizada para a estimativa de perda de carga no interior do elemento poroso. As estruturas biomórficas apresentaram valores de  $k_2$  maiores que os obtidos por colagem por barbotina ( $3,0 \cdot 10^{-6} \text{ m}$ ). Com isso, o valor da

curvatura da curva que descreve a perda de carga destas estruturas deverá ser menor que a das estruturas obtidas por colagem por barbotina. Isso faz com que os efeitos inerciais de escoamento não sejam tão enfatizados.

A perda de carga foi obtida pela variação da potência entre 10 e 220 W, utilizando a acetona como líquido de trabalho, com a temperatura de reservatório de 60°C. Um meio poroso hipotético com valores de  $k_1$  e  $k_2$  entre os valores determinados experimentais, com espessura de 10 mm e diâmetro de 23 mm foi utilizado.

Na Figura 54 as curvas de perda de carga em função da potência aplicada no CPL utilizando a equação de perda de carga que considera apenas os efeitos viscosos (equação (33) – Darcy) e a que considera os efeitos viscosos e inerciais (equação (34) – Forchheimer) são apresentadas. Nesta figura, as linhas horizontais que representam os limites capilares de cada estrutura porosa cerâmica biomórfica.

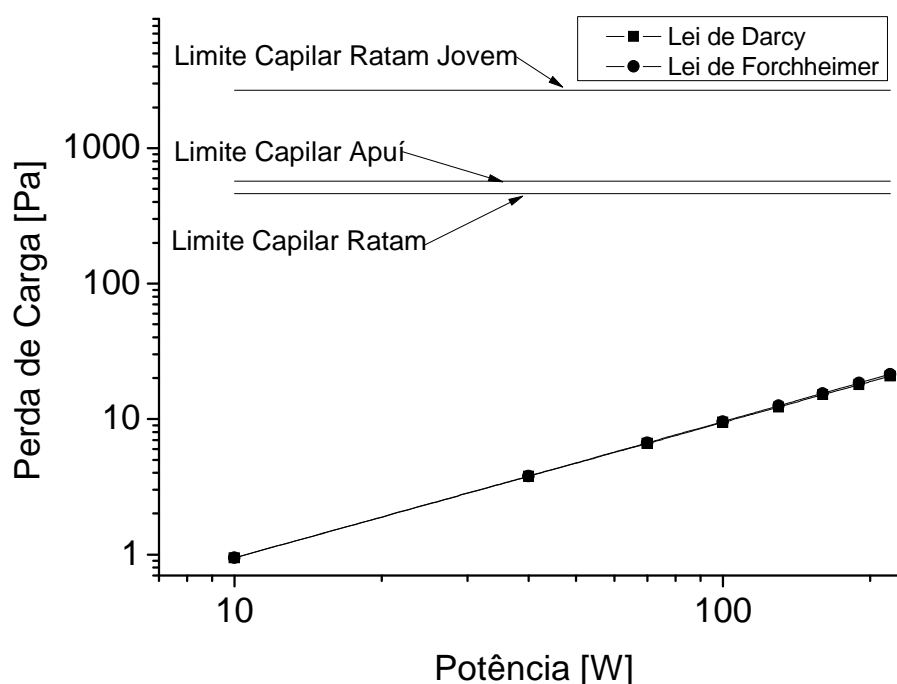


Figura 54 – Perda de carga do elemento poroso em função da potência aplicada no CPL.

Nesta figura, verifica-se que tanto os perfis de perda de carga descrita pela lei Darcy quando pela lei Forchheimer são muito similares, o que permite concluir que os efeitos inerciais das estruturas biomórficas podem ser desprezados.



Observa-se que os limites capilares das estruturas porosas apresentam, ao menos, uma ordem de grandeza maior que os valores das perdas de cargas observadas pelo escoamento do fluido no interior da estrutura porosas cerâmica utilizando potências de até 220 W. Assim, mesmo apresentando limites capilares com pelo menos uma ordem de grandeza menor, as estruturas porosas cerâmicas desenvolvem baixa perda de carga em relação ao seu limite capilar.

Uma comparação entre a capacidade de transferência de calor dos elementos porosos obtidos por colagem por barbotina e dos elementos porosos obtidos por biomodelagem pode ser realizada. Entretanto, é necessário levar em consideração algumas limitações dos modelos utilizados. O modelo que determina o limite capilar (equação (24)) é unidimensional e não leva em consideração movimentação de frente de evaporação no interior do elemento poroso. Para a determinação da velocidade no interior do elemento poroso assume-se o meio poroso como um todo, e perfis diferentes de velocidades no interior do elemento poroso em função da geometria do evaporador são desconsiderados.

Levando em consideração as limitações acima descritas, é possível verificar que os elementos porosos obtidos por biomodelagem apresentam perdas de cargas muito menores que as apresentadas pelas estruturas obtidas por colagem por barbotina. Nenhuma estrutura obtida por biomodelagem teria o limite capilar atingido no intervalo de potência utilizada.

Para a caracterização estrutural é importante a obtenção dos dois parâmetros de permeabilidade através da equação de Forchheimer, pois esta abordagem possui maior adequação ao fenômeno físico da perda de carga em uma estrutura porosa. As constantes de permeabilidade das estruturas, obtidas por biomodelagem, podem ser vistos na Tabela 16.

Tabela 16 – Resultados de permeabilidade darciana e não-darciana.

Permeabilidade Estrutura vegetal	$k_1 \times 10^{11} \text{ [m}^2\text{]}$	$k_2 \times 10^6 \text{ [m]}$
ratam	29,9	62,7
apuí	9,38	29,2
ratam jovem	1,68	1,74

Com os resultados apresentados pelos meios cerâmicos biomórficos, observam-se valores de permeabilidade muito maiores que os apresentados pelas estruturas cerâmicas obtidas por colagem por barbotina. Isso é elucidado conjuntamente pelo maior tamanho de poros e maior porosidade apresentado pelos elementos porosos de vegetais transformados. Esta é uma importante característica apresentada, que tornam promissores estes meios porosos para a aplicação em sistema de bombeamento capilar.

#### 4.2.5 Análise de Imagem

Na próxima seção será apresentada a caracterização de análise de imagem, através do software IMAGO®, dos meios porosos biomórficos. É importante ressaltar que a binarização das imagens analisadas foi realizada com os mesmos procedimentos realizados na análise de imagem das estruturas porosas obtidas por colagem por barbotina.

##### 4.2.5.1 *Determinação de distribuição de tamanho de poros*

As imagens a partir das quais foram realizadas as análises digitais de imagens podem ser observadas nas figuras a seguir.

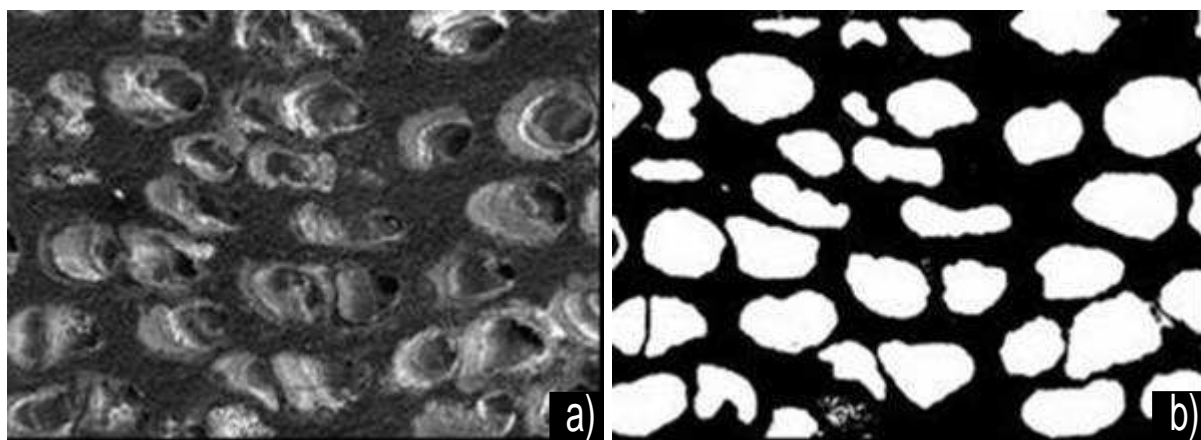


Figura 55 – Microestruturas da cerâmica biomórfica de apuí em corte transversal (a) imagem binarizada (b).

Na Figura 55, estrutura cerâmica biomórfica de Apuí é apresentada. A Figura 55 (a) é a imagem original obtida por MEV, e a Figura 55 (b) é a binarização da imagem original. Na binarização, a fração branca representa os poros e a fração preta a fração sólida, da mesma forma utilizada na binarização para a análise digital de imagens dos meios porosos de colagem por barbotina. Verifica-se que as principais características morfológicas do apuí foram mantidas durante o processo de binarização, como por exemplo, o tamanho de poros e a distribuição sobre da matriz sólida.

A Figura 56 apresenta a imagem utilizada para a análise de imagem digital de ratam jovem.

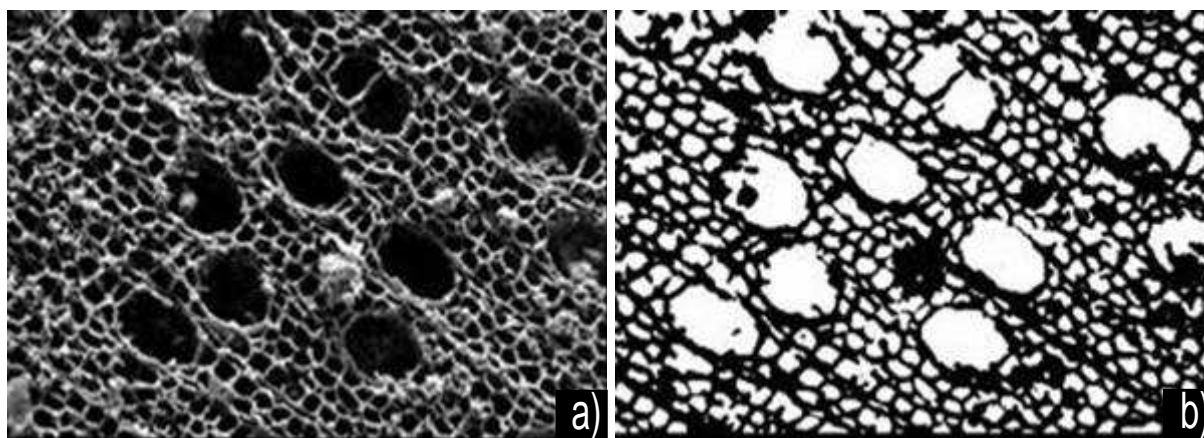


Figura 56 – Microestruturas da cerâmica biomórfica de ratam jovem em corte transversal (a) imagem binarizada (b).

Da mesma maneira que a binarização utilizada na cerâmica biomórfica de apuí, as principais características da imagem original foram mantidas. Na Figura 56 (a), a imagem original obtida por MEV é apresentada e a Figura 56 (b) representa a imagem binarizada onde a parte branca corresponde aos poros e a parte preta à fração sólida da imagem original.

A Figura 57 representa uma imagem das amostras de ratam que foi utilizada para a análise digital.

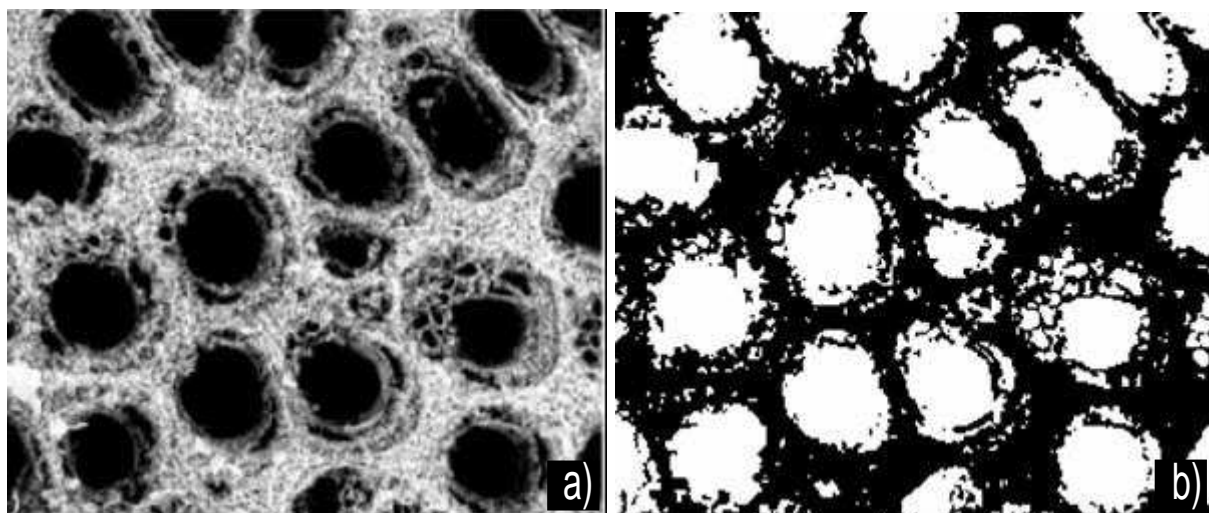


Figura 57 – Microestruturas da cerâmica biomórfica de ratam em corte transversal  
(a) imagem binarizada (b).

Na Figura 57 (a), a imagem original obtida por MEV é apresentada e na Figura 57 (b), a imagem binarizada é apresentada, onde a parte branca representa os poros e a parte preta a fração sólida da imagem original.

As distribuições de tamanho de poros obtidas por análise digital de imagem das amostras de apuí, ratam jovem e ratam podem ser vistas na Figura 58.

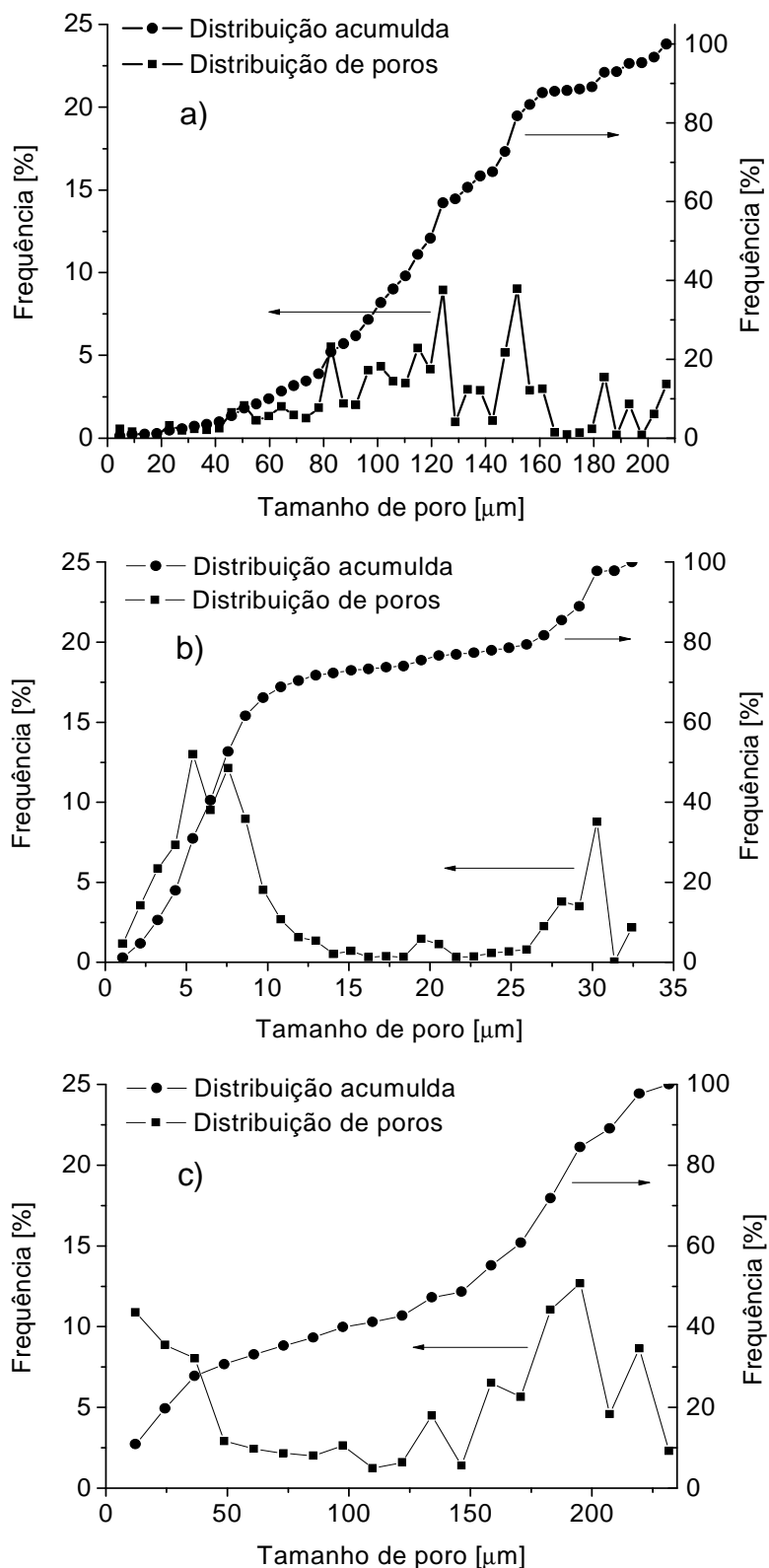


Figura 58 – Distribuição de tamanho de poros do apuí (a), ratam jovem (b) e ratam (c).

Pela Figura 58 (a) e (b) permite-se concluir que os dois tipos de estruturas derivadas do ratam apresentam uma distribuição bimodal e o ratam jovem apresenta tamanhos de poros menores. Já o apuí apresenta uma distribuição sem uma moda bem definida, ou seja, apresenta uma distribuição dispersa. A caracterização dos  $d_{90}$  é mostrada na Tabela 17.

Tabela 17 – Comparação entre os diâmetros críticos das estruturas biomórficas.

Técnica	Cerâmica biomórfica	apuí	ratam jovem	ratam
Análise de imagem ( $d_{90}$ ) [ $\mu\text{m}$ ]		208	29	181
Extrusão capilar ( $d_c$ ) [ $\mu\text{m}$ ]		194	33	158

Verifica-se que o  $d_{90}$  é muito similar ao  $d_c$  (obtido por extrusão capilar). Assim, as estruturas com poros maiores podem ser caracterizadas quanto ao  $d_c$  utilizando o valor de  $d_{90}$  obtido por análise de imagens.

### 4.3 Ensaio de Comportamento Térmico dos CPL's

O ensaio de comportamento térmico do CPL montado com a estrutura porosa cerâmica produzida por colagem por barbotina, do grupo de moagem 6/3, pode ser visto na Figura 59.

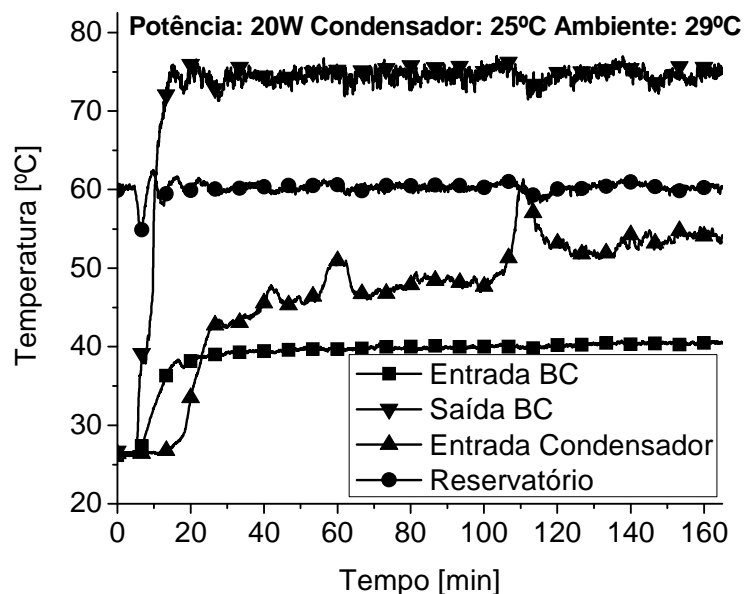


Figura 59 – Comportamento térmico CPL com meio poroso de colagem por barbotina.

O CPL montado com a estrutura obtida por colagem de barbotina do grupo 6/3, apresentou comportamento térmico que, após a estabilização do reservatório a 60°C e aplicação de 20 W, iniciou o funcionamento em aproximadamente 20 min. Tal estrutura apresentou estabilidade térmica com o gradiente de temperatura entre a entrada do CPL e a saída do CPL de aproximadamente 35°C.

O ensaio de comportamento térmico do CPL montado com a estrutura porosa cerâmica biomórfica de ratam pode ser visto na Figura 60.

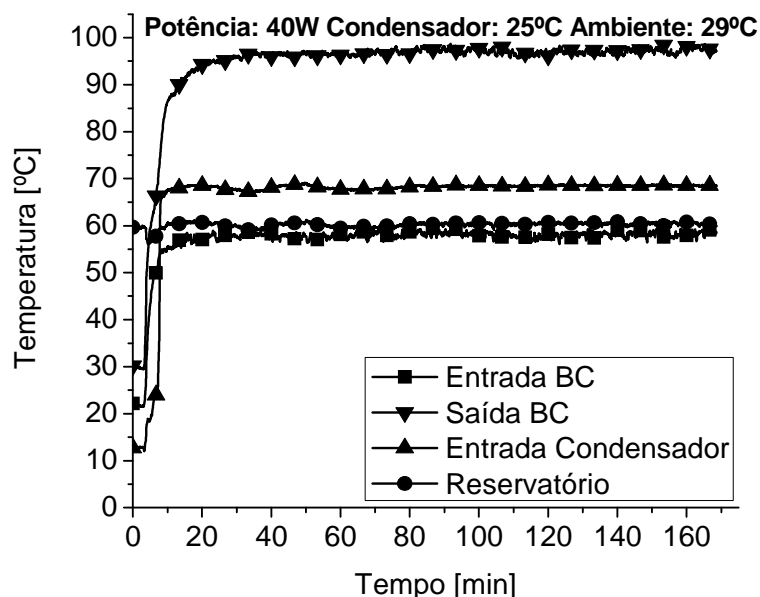


Figura 60 – Comportamento térmico CPL com meio poroso biomórfico.

O CPL montado com a estrutura porosa biomórfica obtida do ratam, analogamente apresentou estabilidade térmica com o gradiente de temperatura entre a entrada do CPL e a saída do CPL de  $\approx 40^{\circ}\text{C}$ .

O CPL biomórfico apresentou dimensões menores que o CPL de colagem por barbotina. Apesar disso, CPL biomórfico apresentou um gradiente de temperatura similar e conduziu o dobro de potência. O CPL Colagem por barbotina colapsou com 30 W.

Os CPL's foram montados com as estruturas que apresentaram as propriedades menos apropriadas para o bom funcionamento do sistema de bombeamento capilar, ou seja, menor limite capilar.



#### 4.4 Resumo de Caracterizações Realizadas

Na Tabela 18, o resumo das caracterizações realizadas nas amostras de colagem por barbotina é apresentada.

Tabela 18 – Resumo de caracterizações em amostras de colagem por barbotina.

Caracterização (técnica)	Grupo de moagem			
	06/03	24/12	32/16	48/24
Fases presentes	Mulita Alumina	–	–	Mulita Alumina
$\varepsilon$ (Arquimedes) [%]	58,4 $\pm$ 0.5	48,4 $\pm$ 0.3	54,2 $\pm$ 0.3	55,7 $\pm$ 0.25
$\varepsilon$ (geométrica) [%]	61,5 $\pm$ 0.9	51,7 $\pm$ 2	56,5 $\pm$ 0.6	57,4 $\pm$ 0.6
$\varepsilon$ (análise de imagem) [%]	52 $\pm$ 4	48 $\pm$ 2	53 $\pm$ 1	56,4 $\pm$ 0,5
$\varepsilon$ (PIM) [%]	57,3	48,7	54,5	56,1
$\rho_a$ (PIM) [g/cm <sup>3</sup> ]	1,43	1,74	1,58	1,44
$\rho_{vol}$ (PIM) [g/cm <sup>3</sup> ]	3,35	3,39	3,35	3,28
$\Delta P_{cap}$ (ext. cap.) [kPa]	21,7	54,2	80,6	55,8
$d_c$ (ext. cap.) [ $\mu$ m]	4,0	1,7	1,1	1,6
$d_{perc}$ (MIP) [ $\mu$ m]	4,0	1,6	1,1	1,3
$d_{90}$ (análise de imagem) [ $\mu$ m]	9,2	4,8	4,3	2,9
$k_1$ (permeametria) [m <sup>2</sup> ] x 10 <sup>14</sup>	2,1 $\pm$ 0,5	1,4 $\pm$ 0,3	1,3 $\pm$ 0,4	1,7 $\pm$ 0,3
$k_2$ (permeametria) [m] x 10 <sup>11</sup>	15 $\pm$ 2	20 $\pm$ 1	3 $\pm$ 2	19 $\pm$ 2
$k$ (análise de imagem) [m <sup>2</sup> ] x 10 <sup>14</sup>	4,4	1,9	6,0	6,7
$\sigma_{rup}$ (ensaio mecânico) [MPa]	7,5	13,5	6,7	6,8
$\sigma_0$ (ensaio mecânico) [MPa]	888			
$b$ (ensaio mecânico)	8,75 (empilhamento romboédrico)			

Na Tabela 19, o resumo das caracterizações realizadas nas amostras de colagem por barbotina é apresentada.

Tabela 19 – Resumo de caracterizações em amostras biomórficas.

Caracterização (técnica)	Estrutura vegetal de origem		
	ratam	ratam jovem	apuí
$\varepsilon$ (Arquimedes) [%]	75,6 $\pm$ 0,4	77,0 $\pm$ 0,4	75,5 $\pm$ 0,8
$\varepsilon$ (geométrica) [%]	83 $\pm$ 1	81 $\pm$ 2	83, $\pm$ 1
$\Delta P_{\text{cap}}$ (ext. cap.) [Pa]	463	2680	570
$d_c$ (ext. cap.) [ $\mu\text{m}$ ]	194	33	158
$d_{90}$ (análise de imagem) [ $\mu\text{m}$ ]	208	29	181
$k_1$ (permeametria) [ $\text{m}^2$ ] $\times 10^{11}$	29,9	9,38	1,68
$k_2$ (permeametria) [m] $\times 10^6$	62,7	29,2	1,74

## 5 CONCLUSÕES

Cerâmicas porosas foram obtidas com sucesso através de dois métodos distintos de fabricação. A colagem por barbotina com adição de agente formador de poros proporcionou a fabricação de estruturas com porosidade média de 55%. As técnicas de caracterização de porosidade se equiparam para tempos de moagem grandes, pois estes geram estruturas com microestruturas mais homogêneas.

Grupos distintos de tempos de moagem geraram corpos cerâmicos com diferentes porosidades e diferentes distribuições de tamanho de poros. Os valores de diâmetro de percolação, obtidos por PIM, foram compreendidos entre 4,0  $\mu\text{m}$  e 1,1  $\mu\text{m}$ . Verificou-se que a PIM é uma técnica importante para a determinação da porosidade e densidade volumétrica, e o valor de diâmetro de percolação resulta em valores similares ao valor de diâmetro crítico de tamanho de poros, obtido por extrusão capilar.

A extrusão capilar fornece valores de pressão capilar, que se situam entre 22 e 80 kPa, o que resulta em diâmetros críticos de poros no intervalo de 1,1 e 4,0  $\mu\text{m}$ .

O valor médio para  $k_1$  foi de  $1,5 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2$  e  $k_2$  de  $1,5 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ . Os resultados da modelagem de  $k_1$  e  $k_2$ , de acordo com Ergun, apresentam o mesmo comportamento observado nas determinações experimentais, além de valores muito similares. Entretanto, a simulação de  $k_2$  apresentou valores muito maiores do que os valores experimentais. A estimativa da perda de carga que estes elementos porosos geram em funcionamento, mostrou que estruturas com tempos de moagens acima de 24 /12 possuem um intervalo de funcionamento mínimo de 130 W.

A estrutura porosa apresenta perdas de carga com influência dos efeitos inerciais devido ao baixo valor de  $k_2$ . Isso implica que, para previsão das perdas de cargas dos elementos obtidos por colagem por barbotina, é necessária a utilização da equação que considera a constante não-darciana de permeabilidade.

A porosidade obtida por análise de imagem apresenta resultados condizentes com as caracterizações experimentais, tornando-se uma técnica útil para tais caracterizações. As funções de autocorrelação destas amostras apresentam alcances pequenos (5  $\mu\text{m}$ ), o que implica em estrutura com homogeneidade microestrutural. O  $d_{90}$ , apresentado pela análise de imagem,

fornece valores da mesma ordem de grandeza que as estruturas reais. A reconstrução 3D gerou sistemas similares às estruturas reais, porém, a simulação de propriedades físicas apresenta valores qualitativos, e podem servir apenas como base de comparação entre os grupos.

O módulo de ruptura apresentou um valor médio de 9 MPa, e pode ser modelado pela equação de área mínima sólida. Estas estruturas apresentaram um  $b = 8,75$ , significando que estas estruturas podem ser representadas por empacotamento romboédrico. A  $\sigma_0$  obtida pelo ajuste da curva aos dados de resistência mecânica foi de 890 MPa.

Quanto aos resultados obtidos pela caracterização das estruturas porosas biomórficas, permite-se concluir que: a porosidade média foi de 75%, a pressão capilar das estruturas é de 3 kPa, para o ratam jovem, e da ordem de 500 Pa, para o ratam e para o apuí.

O  $k_1$  destes meios foi da ordem de  $1,5 \cdot 10^{-10} \text{ m}^2$  e o  $k_2$  da ordem de  $2,0 \cdot 10^{-6} \text{ m}$ . Os resultados do modelo matemático que descreve  $k_1$  quanto  $k_2$  apresentaram valores muito similares aos valores experimentais. A estimativa da perda de carga que estes elementos porosos geram em funcionamento mostrou que nenhuma estrutura cerâmica obtida por biomodelagem colapsaria num intervalo de até 220 W. Neste intervalo, as perdas de carga apresentadas por estas estruturas foram no mínimo uma ordem de grandeza menor que os limites capilares destas estruturas. Não se verificou influência dos efeitos inerciais nos regimes de escoamento apresentados pelo funcionamento do sistema.

A análise de imagem obteve valores de  $d_{90}$  de 208  $\mu\text{m}$ , para o ratam, 181  $\mu\text{m}$  para o apuí e 29 para o ratam jovem, valores muito similares ao  $d_c$ .

A partir dos comportamentos térmicos dos CPL's utilizando as estruturas capilares caracterizadas neste trabalho é permitido concluir que mesmo utilizando meios porosos que propiciam as situações menos favoráveis para o bom funcionamento dos CPL's, os dois tipos apresentaram resultados satisfatórios. O funcionamento do CPL biomórfico apresentou maior capacidade de transportar calor por área fornecendo quase o mesmo gradiente de temperatura.

Para trabalhos futuros sugerem-se os seguintes temas:

- Redução de resistências térmicas de contato no CPL;
- Determinação das velocidades do fluido no interior do elemento poroso;

- Determinação das dimensões do elemento poroso cerâmico para ser utilizado em um CPL plano.
- Desenvolvimento de um CPL plano para utilização de elementos porosos cerâmicos;
- Produção e caracterização de estruturas cerâmicas biomórficas a partir de outras espécies vegetais;
- Desenvolvimento de estruturas porosas com gradiente de distribuição de tamanhos de poros, que na superfície de troca de calor apresente poros menores.

## 6 REFERÊNCIAS

1. ALMEIDA, F. A., MELO, F. C. L., THIM, G. P. Obtenção de cerâmica porosa a partir da técnica de conformação direta com amido comercial. In: ENCONTRO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E PÓS-GRADUAÇÃO DO ITA, São José dos Campos, 2002. Anais do VIII Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA, p. 259-264, 2002.
2. BAZZO, E. Investigação teórica e experimental de circuitos de bombas capilares. 1996. 190p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Florianópolis.
3. BAZZO, E., REIMBRECHT E. G., REINALDO, E. B., CORRÊA, M. A., GOHR Jr, R., SANTOS, R. B., BERTI, L. F., NOGOSEKE, M., CAMARGO, H. V. R. Capillary evaporator microgravity experiment; Seminário sobre os Resultados da Missão Centenário, Coordenação AEB, INPE e CTA/IAE, São José dos Campos, 21 e 22 novembro/2006.
4. BERTI, L.F. Fabricação e caracterização de elementos porosos para sistemas bifásicos de transferência de calor passivos. 2006. 51p. Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Curso de Engenharia e Ciência dos Materiais, Florianópolis.
5. BYRNE, C. E., NAGLE, D. E., Cellulose Derived Composites – A New Method for Materials Processing, Materials. Research Innovation. v. 1, n. 3, 1997, p. 137–44.
6. CAMARGO, H. V. R., Avaliação Experimental E Teórica de Elementos Porosos Aplicados A Sistemas de Bombeamento Capilar, 2004, 284p. Tese (Doutorado), Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Florianópolis.
7. CAO, J., RAMBO, C. R., SIEBER, H., Preparation of Porous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ceramics by Biotemplating of Wood. Journal of Porous Materials. v.11, p. 163-172, 2004.
8. COLOMBO, P., SCHEFFLER M., Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications, New York: Wiley, 2005.
9. CUNHA NETO, J. A. B. da., Transport d'humidite en materiau poreux en presence d'un gradient de temperature : Caracterisation experimentale d'un beton cellulaire. 1992. 194p. Tese (Doutorado) - Université Joseph Fourier, Grenoble, França.
10. DAÏAN, J.F.; FERNANDES, C.P.; PHILIPPI, P. C.; CUNHA NETO, J. A.B.: 3D reconstitution of porous media from image processing data using a multiscale percolation system; Journal of Petroleum Science and Engineering. v. 42, n. 1, 2004, p. 15-28.

11. DUNN, P. D.; REAY, D.A. Heat Pipes. 4<sup>a</sup>. ed. Londres: Pergamon Elsevier Science Ltda. 1994.
12. ERGUN, S., Fluid Flow Through Packed Columns, Chemical Engineering. Progress. v.48, n. 2,. 1952, p 89-94.
13. FERNANDES, C. P. Caracterização morfotopológica de espaços porosos: reconstituição multiescala e simulação de processos de invasão de fluidos não-molhantes. 1994. 182p Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Florianópolis.
14. FERNANDES, C. P., MAGNANI, F. S.; PHILIPPI, P. C., DAÏAN, J. F., Multiscale geometrical reconstruction of porous structures, Physical Review E, 54, 2, 1734-1741, 1996.
15. GREIL, P., Biomorphous ceramics from lignocellulosics, Journal of the European Ceramic Society. v. 21, n. 2, p. 105-118, 2001.
16. HOANG, T. T., Development of an Advanced Capillary Pumped Loop, In: International Conference on Environmental Systems, 27, Lake Tahoe, Nevada, 1997. Anais 27th International Conference on Environmental Systems, Lake Tahoe, Nevada, 1997.
17. INNOCENTINI, M. D.M., SALVINI, V. R., MACEDO, A., Pandolfelli V. C. Prediction of ceramic foams permeability using Ergun's equation. Materials. Research, São Carlos. v.2, n. 4, 1999.
18. INNOCENTINI, M, D M; PARDO, A, R F; SALVINI, V R; PANDOLFELLI, V C. How accurate is darcy's law for refractories, American Ceramic Society Bulletin. v. 78, n. 11, 64-68p. 1999a.
19. INNOCENTINI, M, D M., PARDO, A, R F., PANDOLFELLI, V C, influence of air compressibility on the permeability evaluation of refractory castables. Journal of American Ceramic Society. v. 83, n. 6, 1536-1538 p. 2000.
20. INNOCENTINI, M D M; PANDOLFELLI, V C, Permeability of porous ceramics considering the Klinkenberg and inertial effects. Journal of the American Ceramic Society. v. 84, n. 5, 941-944 p. 2001.
21. KAVIANY, M. Principles of heat transfer in porous media. 2<sup>a</sup>. ed. New York: Springer, 1999.
22. KU, J., KROLICZEK, E. J., MCCABE, M. E. An improved high power hybrid capillary pumped loop. In: INTERSOCIETY CONFERENCE ON ENVIRONMENTAL SYSTEMS, 19, São Diego 1989 Anais do XIX Intersociety Conference on Environmental Systems, São Diego, 1989.
23. KU, J., HOANG, T. T., Start up Behavior in the CAPL2 Flight Experiment, In: International Conference on Environmental Systems, 27, Lake Tahoe, Nevada, 1997. Anais 27th International Conference on Environmental Systems, Lake Tahoe, Nevada, 1997.

24. KU, J., HOANG, T. T, An Experimental Study of Pressure Oscillation in a Capillary Pumped Loop with Multiple Evaporator and Condensers, In: INTERSOCIETY ENGINEERING CONFERENCE ON ENERGY CONVERSION, 33, Colorado, 1998. Anais Colorado Springs, Colorado, 1998.
25. LIESE, W., The structure of bamboo in relation to its properties and utilization. Proceeding of Internacional Symposium on Industrial use of Bamboo, Beijing, China, pp. 95-100, 1992.
26. LIN, W. K., WONG, P. L., WONG, P. C., CHENG, P. C., H. P. WANG, A Design and Performance Test of the Visualization within a Capillary Pumped Loop, In: International Conference on Scaling Concepts and Complex Fluids, 1, Copareello, Italy, 1994. Anais I International Conference on Scaling Concepts and Complex Fluids, Copareello, Italy, 1994.
27. MPIF 42 – Norma técnica. Determination of Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy Products, Metal Powder Industries Federation, n. 1980, revised 1986, 1997.
28. OLIVEIRA, I. R., STUDART, A.R., PILEGGI, R.G., PANDOLFELLI, V.C. Dispersão e Empacotamento de Partículas - Princípio e Aplicações em processamento Cerâmico. S. Paulo, Fazendo Arte, 2000.
29. OLIVEIRA, I. R., STUDART, A. R., SILVA JÚNIOR, F. A., PANDOLFELLI, V. C., Artigo revisão: Estabilização de suspensões aquosas contendo grafite, Cerâmica, v.46, p. 186-195, 2000a.
30. PETERSON, G. P. An introduction to heat pipe: modeling, testing, and applications. New York: Wiley, 1994.
31. PHILIPPI, P. C., DAMIANI, M. C., FERNANDES, C. P., BUENO A. D., SANTOS. L. O. E., CUNHA NETO, J. A. B., “Characterization of Reservoir Rocks from Image Analysis on Software Imago”. Workshop da Sub-Rede Modelagem, Imagem e Visualização da Rede RECOPE/FINEP Aplicações da Informática à Engenharia, pp. 32-36, Rio de Janeiro/RJ 7 e 8 agosto, 2000.
32. QIAN, J., WANG, J., HOU, G., QIAO, G., JIN, Z., Preparation and characterization of biomorphic SiC hollow fibers from wood by chemical vapor infiltration, Scripta Materialia. v. 53, n. 12, p. 1363-1368, 2005.
33. RAMBO, C. R, Síntese e caracterização de cerâmicas biomórficas, 2001 107p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear - Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/CNEN-SP, São Paulo.
34. RAMBO, C. R., SIEBER, H., Novel Synthetic Route to Biomorphic Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramics, Advanced Materials. v.17, n. 8, 2005.
35. RAMBO, C. R., Materiais avançados inspirados na natureza: estruturas celulares, fibras e compósitos. Exacta. v. 4 n.1, p. 95-103, 2006.



36. RAMBO, C. R., MÜLLER, F. A., MÜLLER, L., SIEBER, H., HOFMANN, I., GREIL, P., Biomimetic apatite coating on biomorphous alumina scaffolds, *Materials Science and Engineering*. v. 26 n.1, p. 92-99, 2006.
37. RAMBO, C. R., ANDRADE, T., FEY T., L., SIEBER, MARTINELLI, A. E., GREIL, P., Microcellular Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramics from Wood for Filter Applications. *Journal American Ceramic Society*, v. 91 n.3, p. 852-859, 2008.
38. RASSAMAKIN, B. M., PIMENNY, Ye. N., KHAYRNASOV, S. M., SMIRNOV, G. F. Research and Development of Aluminum Loop Heat Pipes Operation Characteristics, *International Heat Pipe Conference*, 12, Russia, 2002. *Anais 12th International Heat Pipe Conference*, Russia, 2002.
39. REED, J. S., *Principles of ceramics processing*. 2ª. Ed. New York:Wiley, 1994.
40. REIMBRECHT, E.G., MALISKA, A.M., BAZZO, E. Análise comparativa entre métodos utilizados na caracterização de estruturas porosas aplicadas em bombas capilares, In: CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA, Natal, 2000. *Anais do I Congresso Nacional de Engenharia Mecânica*, 2000.
41. REIMBRECHT, E.G., NOGOSEKE, M., PHILIPPI, P.C., BAZZO, E.; SILVA, H.C. Fabricação e caracterização de elementos porosos cerâmicos para uso em bombas capilares, In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA E ENGENHARIA DOS MATERIAIS, 15, Natal, 2002. *Anais do XV Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia dos Materiais*, p 9-13, 2002.
42. REIMBRECHT, E.G., BAZZO, E., ALMEIDA, L.H.S., SILVA, H.C., BINDER, C., MUZART, J.L.R. Manufacturing of metallic porous strutures to be used in capillary pumping systems, *Materials Research*. v.6, n. 4, p.1-6, 2003.
43. REIMBRECHT, E.G. Fabricação, caracterização geométrica e determinação de propriedades hidráulicas de elementos porosos para uso em bombas capilares. 2004. 135p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Florianópolis, 2004.
44. RICE, R. W., Evaluation and extension of physical property-porosity models based on minimum solid area. *Journal of Materials Science*. v. 31 p. 102-118, 1996.
45. RICHERSON, D. W., *Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design*. 2ª. ed. rev. and expanded New York: M. Dekker, 1992.
46. SCHNEIDER, H., SCHREUER J., HILDMANN, B., Structure and properties of mullite -A review, *Journal of the European Ceramic Society*. v. 28, n. 2, 2008, p. 329-344.
47. TABALIPA, F., REIMBRECHT, E. G., BAZZO, E., PIRES, A. T. N., HOTZA, D. Controle do resíduo gerado na fabricação de elementos porosos cerâmicos para uso em sistemas de bombeamento capilar, In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA E ENGENHARIA DOS MATERIAIS, 16, Porto Alegre, 2004. *Anais do XVI Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia dos Materiais*, 2004.

48. TABALIPA, F. Fabricação e Caracterização de Elementos Porosos Cerâmicos para Aplicação em Bombeamento Capilar. 2005. 59p. Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Curso de Engenharia e Ciência dos Materiais, Florianópolis.
49. VOGLI, E., SIEBER H., GREIL, P., Biomorphic SiC-ceramic prepared by Si-vapor phaseinfiltration of wood, Journal of the European Ceramic Society. v. 22, n.s 14-15, p. 2663-2668, 2002.
50. VINCENT, J. F. V., CURREY, J. D. The mechanical. Properties of Biological Materials. 1. ed. Londres: Cambridge University Press, 1980.
51. YOSHIMURA, H. N., MOLISANI, A. L., SIQUEIRA, G. R. de, CAMARGO, A. C., NARITA, N. E., CESAR, P. F., GOLDENSTEIN, H.. Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza. Cerâmica, 2005, v.51, n.319, p. 239-251, 2005.
52. YU.F. MAYDANIK, Loop heat pipes, Applied Thermal Engineering. v. 25, n. 5-6, p. 635-657, 2005.
53. ZOLLFRANK, C., SIEBER, H., Microstructure and phase morphology of wood derived biomorphous SiSiC-ceramics, Journal of the European Ceramic Society. v. 24, n. 2, 8th International Conference on Ceramic Processing, 2004, p. 495-506.
54. WEBMINERAL. Disponível em <http://webmineral.com/>, acesso em 04 de março de 2008.
55. WHIPPLE MUSEUM OF THE HISTORY OF SCIENCE. Disponível em <http://www.hps.cam.ac.uk/whipple/explore/models/modellingchemistry/spacefillingmodels/>, acesso em 23 de julho de 2008.
56. WRENN, KIMBERLY RENEE. Capillary Pumped Loop Performance Investigation through Flow Visualization 2004. 385p. Tese (Doutorado) - Universidade de Maryland. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica.